IOSUD – UNIVERSITATEA "DUNĂREA DE JOS" DIN GALAȚI Școala doctorală de Inginerie Mecanică și Industrială



# TEZĂ DE DOCTORAT

# Studiul proprietăților mecanice ale compozitelor cu matrice termorigide armate cu țesături

Doctorand, Tamara APARECI (GÎRNEȚ)

Conducător științific, Prof. univ. dr. ing. Iulian-Gabriel BÎRSAN Prof. univ. dr. ing. Adrian CÎRCIUMARU

Seria I6 Inginerie Mecanică Nr 67

GALAŢI

2023

IOSUD – UNIVERSITATEA "DUNĂREA DE JOS" DIN GALAȚI Școala doctorală de Inginerie Mecanică și Industrială



# REZUMAT

# Studiul proprietăților mecanice ale compozitelor cu matrice termorigide armate cu țesături

Doctorand Tamara APARECI (GÎRNEȚ)

Președinte, Conducător științific,

Referenți stiințifici

Prof univ.dr.ing. Mihaela BUCIUMEANU Prof univ.dr.ing. Iulian-Gabriel BÎRSAN Prof univ.dr.ing. Adrian CÎRCIUMARU Prof univ.dr.ing. Anton HADĂR Prof univ.dr.ing. Dan-Mihai CONSTANTINESCU Prof univ. dr. ing. Costel-Iulian MOCANU

Seria I6 Inginerie Mecanică Nr 67 GALAȚI 2023

Seriile tezelor de doctorat susținute public în UDJG începând		
	cu 1 octombrie 2013 sunt:	
	Domeniul fundamental ŞTIINȚE INGINEREȘTI	
Seria I 1:	Biotehnologii	
Seria I 2:	Calculatoare și tehnologia informației	
Seria I 3:	Inginerie electrică	
Seria I 4:	Inginerie industrială	
Seria I 5:	Ingineria materialelor	
Seria I 6:	Inginerie mecanică	
Seria I 7:	Ingineria produselor alimentare	
Seria I 8:	Ingineria sistemelor	
Seria I 9:	Inginerie și management în agicultură și dezvoltare rurală	
	Domeniul fundamental ŞTIINȚE SOCIALE	
Seria E 1:	Economie	
Seria E 2:	Management	
Seria SSEF:	Știința sportului și educației fizice	
	Domeniul fundamental ŞTIINȚE UMANISTE ȘI ARTE	
Seria U 1:	Filologie- Engleză	
Seria U 2:	Filologie- Română	
Seria U 3:	Istorie	
Seria U 4:	Filologie - Franceză	
	Domeniul fundamental MATEMATICĂ ȘI ȘTIINȚE ALE NATURII	
Seria C:	Chimie	
	Domeniul fundamental ȘTIINȚE BIOLOGICE ȘI BIOMEDICALE	
Seria M:	Medicină	
Seria F:	Farmacie	

# ROMÂNIA MINISTERUL EDUCAȚIEI UNIVERSITATEA "DUNĂREA DE JOS" DIN GALAȚI



Conform Hotărârii de Guvern nr. 681/29.06.2011 privind aprobarea Codului studiilor universitare de doctorat, cu toate modificările și completările ulterioare;

conform Regulamentului instituțional privind organizarea și funcționarea studiilor universitare de doctorat în școlile doctorale din Universitatea "Dunărea de Jos" din Galați, aprobat prin Hotărârea Senatului Universitar nr. 118/24.03.2022 (Anexa 2);

conform Metodologiei privind susținerea publică a tezei de doctorat la IOSUD – Universitatea "Dunărea de Jos" din Galați, aprobată prin Hotărârea Senatului nr. 140/29.09.2020 (Anexa 3);

având în vedere referatul conducătorului științific Prof. univ. dr. fiz. Adrian CÎRCIUMARU cu numărul C93/05.01.2023, privind propunerea comisiei de susținere publică a tezei de doctorat;

conform aprobării Consiliului pentru studiile universitare de doctorat în data de 06.01.2023;

în baza Ordinului Ministrului Educației și Cercetării nr. 3041/15.01.2020 privind numirea rectorului;

#### Rectorul universității decide:

Art. 1. Se numește comisia pentru evaluarea și susținerea publică a tezei de doctorat de către doctorand/a/ul APARECI N. TAMARA (GÎRNEȚ), domeniul Inginerie mecanică, în următoarea componență:

1. Președinte	Prof. univ. dr. ing. Mihaela BUCIUMEANU
	Universitatea "Dunărea de Jos" din Galați
2. Conducător de doctorat	Prof. univ. dr. fiz. Adrian CÎRCIUMARU
	Universitatea "Dunărea de Jos" din Galați
3. Referent oficial	Prof. univ. dr. ing. Anton HADĂR
	Universitatea POLITEHNICA din București
4. Referent oficial	Prof. univ. dr. ing. Dan-Mihai CONSTANTINESCU
	Universitatea POLITEHNICA din București
5. Referent oficial	Prof. univ. dr. ing. Costel-Iulian MOCANU
	Universitatea "Dunărea de Jos" din Galati

Art. 2. Școala doctorală de Inginerie mecanică și industrială, Secretariatul doctorat, Biroul salarizare și Serviciul financiar vor duce la îndeplinire prevederile prezentei decizii.

TOR C. C. GEOR GESCU Prof. dr. Puiu-Lucian 10 al cu

Str. Domnească nr.47, cod postal 800008, Galați, România, tel: +40 336 130 109, fax: +40,236 461 353, e-mail: rectorat@ugal.ro, web: www.ugal.ro Operator înscris sub nr. 36338 în registrul de evidență a prelucrărilor de date cu caracter personal.

# Cuprins

Cuprins	5
Introducere	7
Capitolul 1	9
Cercetări privind compozitele armate cu fibre și țesături	9
<ul> <li>1.2. Aplicații ale materialelor compozite polimerice armate cu fibre</li> <li>1.3. Concluzii</li> <li>Capitolul 2</li> </ul>	9 12 <b>13</b>
Obiectivele cercetării	13
Capitolul 3	15
Materiale și metode experimentale	15
<ul> <li>3.1. Joncțiunile polimerice</li></ul>	15 15 18 19 19 20 21 23 23 23 25 25 34 35
Analiza rezultatelor testelor de compresiune	35
<ul> <li>5.1. Răşini epoxidice şi materiale cu joncțiuni</li> <li>5.2. Concluzii – materiale cu joncțiuni (compresiune)</li> <li>5.3. Materiale armate cu țesături şi cu matrice stratificată</li> <li>5.4. Concluzii parțiale – materiale armate – compresiune</li> <li>Capitolul 6</li> </ul>	35 38 38 45 <b>47</b>
Analiza rezultatelor testelor de încovoiere în trei puncte	47
<ul> <li>6.1. Rășini epoxidice și materiale cu joncțiuni</li> <li>6.2. Concluzii – materiale cu joncțiuni (încovoiere în trei puncte)</li> <li>6.3. Materiale armate cu țesături și cu matrice stratificată (încovoiere în trei puncte)</li> <li>6.4. Concluzii parțiale - materiale armate cu țesături și cu matrice stratificată</li> <li>Capitolul 7</li> </ul>	47 49 49 55 <b>56</b>
Analiza rezultatelor testelor fizice	56
<ul> <li>7.1. Proprietăți termomecanice</li> <li>7.2. Concluzii parțiale – teste termomecanice</li> <li>7.3. Proprietăți termice</li></ul>	56 56 57 57 58

7.6. Concluzii partiale - proprietăti electrice și electromagnetice	
Bibliografie	
Anexe	
Lista figurilor	
Lista tabelelor	

### Introducere

Necesitatea creării și realizării unor noi materiale chiar și prin intermediul unor tehnologii neconvenționale este determinată nu numai de cauze economice și sociale dar și de faptul că, în condițiile dezvoltării continue a producției tradiționale, a apărut o criză adâncă a resurselor de materii prime și energetice, odată cu creșterea agresiunii față de mediul înconjurător.

Răspândirea rapidă a materialelor compozite polimerice pe piețele actuale necesită nu numai inovații în procesele tehnologice dar necesită și modernizarea tehnologiilor existente de procesare a polimerilor care să le permită să se extindă în mai multe ramuri de activitate ale vieții sociale.

La proiectarea materialelor compozite un aspect fundamental este legat de cunoașterea nivelului la care materialele utilizate sunt compatibile la nivel chimic astfel încât între componente să se stabilească o interfază de calitate. Acest lucru este determinat de faptul că posibilitățile de modificare ale fazelor compozitului și a tehnicilor de îmbinare a fazelor și de tehnicile de formare sunt practic infinite. Este evident că în anumite împrejurări, combinarea a două sau mai multe materiale diferite, poate avea rezultate mai bune decât în cazul utilizării materialelor individuale. Dacă materialele nu interacționează este ușor de presupus că nu va exista nici un fel de interfază. De exemplu, fibrele sau elementele de armare vor fi înconjurate de matrice având cel mult puncte de contact dar fără realizarea unei suprafețe continue care să asigure transferul încărcărilor între faze [1].

Evoluția cunoașterii în domeniul ingineriei a fost și este posibilă concomitent cu apariția de materiale și tehnologii noi, cu promovarea unor sisteme structurale superioare și cu capacitatea de utilizare a procedeelor complexe de analiză și calcul analitic. Materialele compozite încorporează toate calitățile și reprezintă viitorul în domeniul ingineriei.

Tehnologia de formare a materialelor compozite a fost dezvoltată pe parcursul a mai multor ani de cercetări în acest domeniu de activitate. În ultimii ani s-au făcut eforturi considerabile pentru a îmbunătăți calitatea și fiabilitatea materialelor compozite polimerice termorigide.

Materialele compozite sunt studiate de oamenii de știință datorită proprietăților lor inedite. Cercetările sunt amănunțite dat fiind faptul că scopul principal este înlocuirea materialelor tradiționale (cel mai adesea metale) cu materialele compozite, deoarece acestea sunt au densitate mai mică, sunt mai rezistente la diverși agenți chimici, au o durată de exploatare mai îndelungată, sunt ușor de înlocuit și au costuri mai mici.

Dacă vorbim la general, materialele compozite polimerice nu sunt altceva decât un pas uriaș în efortul de a obține materiale de o înaltă performanță. Acest mod natural de creștere a solicitării a dus la nașterea unei concepții, aceea de a combina diferite materiale într-un material compozit integru, pentru a satisface cerințele utilizatorului. Datorită complexități structurilor mecanice moderne, înlocuirea materialelor clasice cu cele neconvenționale a devenit o necesitate. Cea mai mare parte a acestor materiale neconvenționale este reprezentată de materialele compozite. Proprietățile lor mecanice, electromagnetice și termice pot fi proiectate și obținute în funcție de obiectivele urmărite. Proprietățile lor depind de tipurile de armătură, de natura matricei, de calitatea interfazelor matrice - armătură, de orientarea fibrelor, și nu în ultimul rând, de tehnica de formare.

În prezent, este cunoscut faptul că dezvoltarea tehnologică, depinde de progresul realizat în domeniul materialelor compozite. Dezvoltarea la nivel mondial a cercetării materialelor noi este astăzi încurajată mai ales de evoluția recentă și impresionantă din domeniul micro și nanotehnologiilor, domeniu de mare actualitate, cu cea mai mare dinamică și cu impact revoluționar asupra industriei și societății pentru următoarele decenii.

Materialele compozite, în ultimii ani, sunt utilizate din ce în ce mai des în diferite ramuri industriale. Acestea sunt: navală, aeronautică, chimică, în industria transporturilor, la fabricarea mobilierului cât și pentru decorațiuni, în medicină, în construcții, în contextul lumii moderne, industria de material sportiv (biciclete, echipamente de protecție, schiuri etc). Folosirea progresivă în aceste domenii, se datorează caracteristicilor lor superioare de cele mai multe ori, cum ar fi reducerea consumului de energie în obținerea lor, a rezistenței la coroziune, a rezistenței la temperaturi înalte, a rezistenței la uzură, a rezistenței la rupere, etc [2].

Alegerea materialului și procesului de prelucrare a acestuia, este o etapă complicată dar foarte importantă pentru performanțele cerute de utilizatorul final. Cele mai des întâlnite materiale compozite sunt cele cu matrice polimerică care cuprind o gamă largă de fibre lungi, fibre scurte și pulberi legate împreună prin intermediul matricei polimerice.

Matricea - reprezintă al doilea element de bază al materialelor compozite datorită caracteristicilor chimice, mecanice și electrice foarte bune. În procesul de formare al materialelor compozite polimerice, se diferențiază două tipuri de matrice (matrice termoplastice și matrice termorigide). Tehnica de formare a matricelor termoplastice presupune topirea materialului brut urmată de polimerizarea răcirea materialului în matriță. În cazul matricelor termorigide polimerizarea se realizează prin adăugarea unui întăritor (de cele mai multe ori).

Materialele compozite reprezintă o temă permanent nouă între subiectele de cercetare din perspectiva multiplelor posibilități pe care le oferă proiectarea proprietăților acestora. În acest context studiul de față propune investigarea efectului alternării polimerilor în realizarea unui compozit armat cu țesături. Aceasta reprezintă o manieră de intervenție pentru modificarea proprietăților unui compozit la anumite niveluri (pe grosimea acestuia, de exemplu). O temă asemănătoare a fost cercetată de Radu Bosoancă, tot la Centrul de Cercetare-Dezvoltare pentru Compozite cu Matrice Termorigide (CCDCOMT). Utilizarea a doi sau mai mulți polimeri înseamnă calități diferite ale interfazei matrice-polimer dar și zone în care cei doi polimeri (sau doi dintre polimeri) sunt adiacenți formându-se o joncțiune care asigură (sau nu) trecerea de la proprietățile unuia la proprietățile celuilalt.

Pentru acest studiu a trebuit să mă informez și am făcut o amplă cercetare bibliografică pentru a afla dacă există demersuri științifice pentru o astfel de analiză. Realizarea materialelor a fost posibilă pentru că la CCDCOMT am găsit atât țesăturile cât și polimerii necesari. Eram destul de bine pregătită (din timpul studiilor universitare de masterat) pentru formarea materialelor dar varietatea acestora a reușit să mă surprindă. Am proiectat șase sisteme de armare și am folosit trei polimeri pentru a realiza matricele compozitelor. Astfel că volumul de muncă a fost enorm.

Am ales să studiez și să cercetez o temă din problematica materialelor compozite deoarece cercetarea compozitelor tinde să fie tot mai dezvoltată la momentul actual. Realizarea materialelor armate trebuia completată și cu o analiză a joncțiunilor polimerice ale polimerilor utilizați pentru formarea compozitelor armate. Din acest motiv, în această lucrare, pot fi decelate două părți importante – studiul joncțiunilor polimerice și studiul compozitelor armate cu matrice stratificate.

Pe lângă proprietățile mecanice (rezistența la diferite tipuri de teste statice) sunt importante și proprietățile fizice ale unor astfel de materiale. Poate nu neapărat în acest caz, când se folosesc trei rășini epoxidice, dar pentru cazurile în care straturile de matrice ar fi realizate din polimeri diferiți, evident cu scopul de a îmbunătăți un răspuns al materialului la anumite acțiune externă. Se pot imagina straturi exterioare din polimeri mai elastici (rășini siliconice sau poliuretanice) și straturi interioare din polimeri mai rigizi. Cu siguranță, în astfel de cazuri, ar fi necesar un studiu mai complex atât în ce privește compozitele armate cu țesături, cât și în ceea ce privește joncțiunile polimerice. Joncțiunea a doi polimeri cu coeficienți de dilatare diferiți, de exemplu, poate conduce la efecte nedorite de ordin mecanic, generate de eforturile interne care apar în timpul încălzirii.

# **Capitolul 1**

# Cercetări privind compozitele armate cu fibre și țesături

#### 1.2. Aplicații ale materialelor compozite polimerice armate cu fibre

E. Triki și colaboratorii [124] au studiat dependența rezistenței la rupere interlaminară a laminatelor compozite din țesături E-sticlă/compozite laminate din țesături din poliester pe orientarea stratului. Conform rezultatelor, laminatele din țesături prezintă valori GIIC mult mai mari, compozitele realizate din țesături au rugozitate inerentă, regiuni bogate în rășini și o suprafață mare de fractură din cauza modelului ondulat al firelor și delaminării multiplelor fronturi de fisuri.

Ali Tabatabaeian, și Ahmad Reza Ghasemi [126] au studiat modificările de curbură și pierderea în masă ale plăcilor nano-compozite cu diferite rășini epoxidice. Rezultatele experimentale au arătat că indiferent de tipul rășinii, masa materialelor compozite scade odată cu creșterea numărului de cicluri termice. Se poate concluziona că adăugarea nanoparticulelor duce la scăderea procentului de pierdere în greutate a nano-compozitelor în condiții de oboseală termică. S-a observat că numărul de cicluri termice este un parametru mai vizibil asupra procentului de pierdere în greutate a compozitelor decât adăugarea de nanoparticule.

Bo Yang și colaboratorii [129] au analizat efectul Nesting asupra laminatelor. Aceștia au constatat că, comparativ cu creșterea în lungime a canalului principal de curgere, scăderea lățimii este un factor mai semnificativ în reducerea permeabilității prin grosime. Rezultatele arată, de asemenea, că un grad considerabil al efectului Nesting poate apărea din cauza deplasării unidirecționale, grosimea totală poate scădea cu până la 5-6%, iar reducerea permeabilității prin grosime poate ajunge până la 80%. Deplasarea bidirecțională a țesăturii duce la un grad mai mare al efectului Nesting, grosimea totală scade cu peste 12%, iar permeabilitățea prin grosime scade mai mult de două ordine de mărime.

Silvio Leonardo Valença și colaboratorii [132] au evaluat comportamentul mecanic al compozitului epoxidic armat cu țesătură simplă din Kevlar și țesătură hibridă din sticlă/Kevlar. Datorită valorilor obținute după testele mecanice, se poate observa că structurile dezvoltate cu țesături hibride din Kevlar și fibre de sticlă au transferat cele mai mari valori ale rezistenței mecanice și rigidității specifice, devenind o nouă alternativă pentru utilizarea ca compozit laminat structural pe piața industrială.

V. Velmurugan și colaboratorii [134] au efectuat o evaluare experimentală a proprietăților mecanice ale compozitelor polimerice armate cu fibre naturale. Autorii au constatat că armarea iutei cu umpluturi din nylon prezintă o rezistență la încovoiere mai mare în comparație cu combinația de umpluturi din nylon și mătase de păianjen în testul de încovoiere. Armarea compozitului cu mătase de păianjen și umpluturi de nailon cu epoxid ca matrice a obținut o duritate mai mare, iar armarea cu iută și umpluturi de nailon cu epoxid ca matrice a obținut rezistențe la încovoiere și la tracțiune mai mari.

Kyle C.Warren și colaboratorii [135] au investigat compozitele țesute tridimensionale. Acest studiu experimental amplu s-a bazat pe compozitele armate cu preforme țesute tridimensionale supuse încărcării la forfecare, la compresiune și la forfecare în plan. În plus, a fost evaluat pentru comparație un material țesut cvasi-izotrop bidimensional. S-au aplicat încărcături atât în direcția urzelii, cât și în cea a bătăturii, pentru încărcarea la întindere și la compresiune. S-a constatat că materialul țesut ortogonal are atât o rezistență cât și un modul mai mare în tensiune și compresie, deși s-a constatat că o arhitectură țesută cu straturi mai mari depășește restul arhitecturilor tridimensionale.

Jun Misumia și Toshiyuki Oyama [140] au produs o rășină epoxidică cu vâscozitate redusă și rezistență ridicată modificată prin metoda de polimerizare radicală *in situ* pentru îmbunătățirea proprietăților mecanice ale materialelor plastice armate cu fibră de carbon. Pentru a obține atât proprietăți mecanice bune, inclusiv rezistența și rezistența rășinii întărite și vâscozitatea redusă în compoziția de rășină nedurizată, "metoda de polimerizare radicală *in situ*" a fost aplicată pe rășina epoxidică pentru matricea CFRP. Rezultate au demonstrat că "metoda de polimerizare radicală *in situ*" poate fi eficientă pentru îmbunătățirea rezistenței la rupere a laminatelor CFRP, menținând în același timp vâscozitatea scăzută a compoziției de rășină.

Mireia Olave și colaboratorii [141] au testat rezistența la rupere prin oboseală în modul I al laminatelor țesute. Au fost evaluate două laminate țesute armate cu fibră de carbon T700 și rășină epoxidică cu o dimensiune diferită de tragere (3K/12K). Procentul mai mare al matricei din partea din față a fisurii poate întârzia apariția oboselii. Materialul 3K prezintă o valoare mai mare a pragului de delaminare la oboseală decât materialul 12K. Diferențele generate de efectul nesting nu prezintă modificări vizibile în curbe. Pentru materialele țesute, dimensiunea celulei unitate și tipul de configurație nu afectează panta ratei de delaminare. Toate tipurile de materiale prezintă valori foarte similare.

M. D. Kiran și colaboratorii [142] au evaluat rezistența la rupere a fibrei de carbon și a compozitului epoxidic cu diferite grosimi de fibre de carbon. Compozitele au fost fabricate folosind tehnica de întindere manuală prin infuzie de rășină de 200gsm, 400gsm și lamină de țesătură carbonică hibridă. Rezistența la rupere a compozitelor cu fibre de carbon hibrid a fost studiată utilizând metoda epruvetei cu o singură margine crestată, la temperatura camerei (25°C). Din rezultatele experimentale s-a constatat că, compozitele epoxidice armate cu fibră de carbon de 200gsm rezistă mai bine la rupere comparativ cu compozitele armate cu alte fibre.

Sadia Tasnim și colaboratorii [144] au dezvoltat compozite polimerice ușoare care conțin diverse deșeuri solide ca materiale de umplutură. Autorii au folosit rășină poliesterică nesaturată ca liant și miez de cauciuc de anvelope uzate, fulgi de polietilen tereftalat (PET) reciclat și cenușă ca materiale de umplutură. Utilizarea țesăturii de iută a crescut rezistența la flexiune și rezistența compozitelor polimerice. Analiza microstructurală nu evidențiază nicio substanță suplimentară în afară de liant și umpluturi, indicând nici o reacție a umpluturilor cu rășina din compozit. Compozitele polimerice care conțin cauciuc fărâmițat și materiale de umplutură cu fulgi de PET prezintă o capacitate de deformare mai mare la sarcina maximă în încovoiere decât compozitele omologilor lor care conțin materiale de umplutură hibride.

Sunil Manohar Maharana și colaboratorii [145] au studiat comportamentul de absorbție a umezelii compusului hibrid constând din iută și kevlar ca fibre de armare, silica fumurată ca nanoaditiv și Epoxy Ly-556 ca matrice. În urma testelor efectuate autorii au constatat că expunerea la suprafață a fibrelor de iută în mediu umed afectează foarte mult rata de absorbție a apei, iar procentul de masă al umpluturii influențează foarte mult proprietățile de absorbție a umezelii. Rata de absorbție a umezelii a scăzut până la 3% din umplutură; ulterior, absorbția de umiditate crește din cauza excesului de umplutură.

S. Dai și colaboratorii [148] au fabricat șase tipuri de compozite țesute 3D din fibră de carbon și rășini epoxidice. Aceștia au studiat influența arhitecturii fibrelor asupra comportamentului de tracțiune, compresiune și încovoiere al compozitelor țesute 3D. Patru țesături ortogonale și două unghiuri de blocare au fost testate cu direcția primară de încărcare paralelă cu direcția urzelii. Performanța mecanică s-a dovedit a fi afectată de distribuția regiunilor bogate în rășini și de ondularea fibrelor purtătoare de sarcină, care au fost determinate de arhitecturile de fibre. Punctele de legare din regiunile bogate în rășini s-au dovedit a fi site-urile de inițiere a daunelor în toate tipurile de țesături în toate condițiile de

încărcare, care au fost confirmate atât cu observarea vizuală, cât și cu hărțile de deformare a corelației cu imaginea digitală.

Mehmet Karahan și colaboratorii [149] au realizat o evaluare a geometriei interne a materialului compozit din țesătură din carbon, țesută ortogonal 3D, fără sertizare. Conform rezultatelor s-a constatat că parametrii detaliați obținuți ai arhitecturii de fibre interne a unui compozit reprezentativ din fibră de carbon din țesătură ortogonală 3D, fără sertizare, demonstrează o înaltă rectitudine a firelor în plan și o uniformitate ridicată a geometriei armăturii compozite. În mod specific, coeficienții tipici de variație în compozit au fost măsurați ca 3-4% pentru distanța firului, 4-5% pentru lățimea firului, 6-8% pentru grosimea firului și 2-6% pentru fracțiunea volumului fibrei din interior. Aceste variații sunt mult mai mici decât parametrii de variabilitate respectivi observați pentru compozite tipice din țesături de carbon țesute 2D. Există variații semnificative în fracțiunea volumului fibrelor între diferitele straturi de fire de urzeală și de umplere.

N. Blanco și colaboratorii [150], [151] au caracterizat duritatea intralaminară a fracturii laminatelor compozite țesute. Rezistența la rupere intralaminară a materialului compozit cu țesătură din fibră de carbon și epoxid 5HS-RTM6 a fost caracterizată experimental, utilizând specimenul de tensiune compactă dublu conică (2TCT). S-a constatat că acest model de geometrie atinge valori mai mici pentru indicii de eșec descriși în prima parte a articolului. Au fost luate în considerare două configurații diferite ale materialului: una cu direcția de urzeală a materialului paralelă cu direcția sarcinii aplicate și cealaltă cu direcția de urzeală a materialului perpendiculară pe direcția sarcinii aplicate. Valorile obținute pentru rezistența la fracturarea intralaminară în modul I au fost similare pentru ambele configurații.

Ilyani Akmar Abu Bakar și colaboratorii săi [155] au prezentat un algoritm genetic pentru optimizarea compozitelor din țesături, capabil să abordeze atât alegerea constantelor elastice ale constituenților, cât și modelul de țesătură. Compozitele astfel obținute prezintă o performanță de rezistență acceptabilă, cu valori considerabile ale proprietăților elastice și etanșeității la țesătură. Cel mai bun model nu numai că oferă proprietăți elastice ridicate, dar, de asemenea, ar putea reduce la minimum problema rezistenței datorită unei etanșeități ridicate la țesătură. Softurile TexGen și ABAQUS sunt ideale pentru această analiză.

H. M. Y. C. Mallikarachchi [158], a examinat comportamentul micro-mecanic al laminatelor cu țesătură simplă cu două straturi. În urma testelor efectuate s-a dovedit că poziționarea relativă a straturilor individuale influențează rigiditatea axială și de îndoire directă. În general, dispunerea în fază asigură o rigiditate la îndoire mai mare și o rigiditate axială mai mică, care poate fi utilă în anumite criterii de proiectare.

S. Senthil Gavaskar și S. Madhu [160] au studiat proprietățile de torsiune și compresie ale compozitului polimeric armat cu fibre de sticlă cilindrice. Autorii au folosit tipuri de țesături din fibră de sticlă care includ formă pură de fibre unidirecționale, rogojini din voal și țesături. Rezultatul studiului arată influența diferitelor straturi ale țesăturilor din fibră de sticlă asupra rezistenței lor și posibilitatea înlocuirii arborilor metalici care transmit puteri reduse cu arbori compoziți (GFRP).

În [161], autorii au proiectat un polimer trifuncțional armat cu fibră de carbon pentru întărirea și protejarea structurilor din beton armat. În această lucrare, testele de performanță pe termen lung au demonstrat că CFRP nu poate funcționa doar ca material de întărire pentru beton armat (RC), dar poate funcționa simultan și ca strat de acoperire de protecție și ca anod de protecție catodică (ICCP), protejând armăturile din oțel de coroziune. S-a demonstrat că stratul de acoperire CFRP este un protector parțial, reducând coroziunea armăturii din oțel. La o densitate de curent redusă de 20mA/m<sup>2</sup>, s-a evitat deteriorarea CFRP indusă de ICCP, permițând întărirea mecanică pe termen lung a structurilor RC.

Marina Bunea și colaboratorii săi [180] au investigat răspunsul la impact la viteză redusă a compozitelor hibride armate cu țesături cu matrice epoxidică stratificată. Testele de impact au fost efectuate cu sistemul de impact cu greutate scăzută la 90.629J de nivel de energie. Rezultatele au arătat că proprietățile matricei au o influență mare asupra modului de fractură a compozitelor hibride, în timp ce gradul de defect al zonelor deteriorate depinde de orientarea fibrei. Cea mai mare rezistență la impact a fost obținută în cazul compozitelor hibride cu 0° orientare a stratului. Cercetătorii au observat că materialele compozite cu orientare a stratului la diferite unghiuri au suferit daune mai grave datorită propagării delaminării de-a lungul direcțiilor fibrelor.

Bîrsan și colaboratorii săi [181], au efectuat analize DSC și TMA pentru compozitele epoxidice armate cu țesături de carbon, țesături din fibre aramidice, țesături din fibre de sticlă și hibride cu matrice stratificate încărcate sau neîncărcate. Autorii au constatat că, în cazul matricei epoxidice, amestecurile de încărcare adăugate au redus coeficientul termic de expansiune liniară și au avut o influență nesemnificativă asupra căldurii specifice.

În [183], Bosoancă și colaboratorii au analizat comportamentul la tracțiune a patru compozite armate cu țesături cu patru rășini epoxidice diferite ca matrice. Măsurarea termică arată că există diferențe între materialele consolidate și cele care sunt polimerizate în mod natural. Comportamentul mecanic al materialelor, dat de curbele medii, prezintă pentru fiecare material șase pasaje. Din aceste pasaje, al doilea corespunde răspunsului elastic al materialului compozit, în timp ce al șaselea reprezintă răspunsul elastic al fibrelor. Cea mai mare valoare a modulului elastic este atinsă pentru sistemul epoxidic Epiphen RE4020-DE40202 și corespunde matricei mai puțin fragile (pentru ambele materiale - cea consolidată prin tratament termic și cea care este polimerizată în mod natural).

Tehnica de formare ar putea explica aspectul răsucit al probelor de tip 45°, testate la tracțiune, datorită ondulării duble a straturilor de țesătură. Numărul probelor de 45° de tipuri diferite (în timpul testelor de tracțiune) ar putea fi explicat prin prezența masivă a fibrelor orientate la 45° în raport cu direcția de încărcare. În cadrul centrului de cercetare CCDCOMT sau realizat diverse studii asupra materialelor armate cu țesături [186]–[200].

#### 1.3. Concluzii

- materialele compozite prezintă un larg interes din partea cercetătorilor care abordează o problematică ce pornește de la matrice, ajunge la armătură și la caracterizarea materialelor;

- foarte multe cercetări iau în considerare compozitele cu matrice polimerice – fie ele termorigide sau termoplastice;

- sunt propuse modele de lucru și interpretări ale rezultatelor care, în anumite limite, sunt acceptabile și aici ne referim la domeniile de valori pe care le pot lua unii parametrii caracteristici răspunsurilor mecanice ale compozitelor;

- foarte multe studii se referă la interfaza matrice-armătură (sau alte elemente imersate în polimer) pentru a crește valoarea de întrebuințare a compozitelor;

- nu am găsit referințe bibliografice în ceea ce privește analiza proprietăților joncțiunilor polimerice, deși în proiectarea proprietăților compozitelor o soluție este aceea de a utiliza matrice stratificate;

- unele studii efectuate la Centrul de Cercetare-Dezvoltare pentru Compozite cu Matrice Termorigide (CCDCOMT) au avut ca țintă analiza compozitelor cu matrice stratificată constând din același polimer dar modificat în mod diferit pentru anumite adâncimi în compozit (modificările fiind produse fie prin introducerea unor solvenți, fie prin adăugarea unor agenți organici sau anorganici).

# **Capitolul 2**

## Obiectivele cercetării

Proiectabilitatea (în sensul că răspunsurile compozitelor lor la anumite acțiuni externe pot fi determinate anterior formării acestora) proprietăților materialelor compozite este, cu siguranță, cea mai importantă trăsătură a acestor materiale. Așa după cum am arătat mai sus, pe baza studiilor bibliografice, majoritatea autorilor definesc materialele compozite ca materiale create pentru a satisface anumite condiții. În cazul solicitărilor simple acest lucru este, aparent, ușor de realizat dar pentru solicitări complexe apar intercondiționări care pot conduce la obținerea unor materiale care, deși sunt proiectate pentru o anumită aplicație, cedează datorită unor efecte de ordinul doi, mai devreme decât nivelul acceptat în proiectare. În acest sens studiile realizate la CCDCOMT de Victor Ungureanu, Ana Boboc și, mai nou, Radu Bosoancă au pus în evidență legătura dintre grosimea laminei și rezistența la rupere a acesteia în condițiile în care stratul de armare al laminei a fost același.

O altă problemă, legată tot de proiectabilitatea proprietăților materialelor compozite, studiată de Radu Bosoancă dar și de Marina Bunea este aceea a proprietăților materialelor armate cu țesături dar cu matrice eterogenă (cu gradient de elasticitate, respectiv, matrice modificate cu pulberi) – această problemă semănând, cumva, cu proiectarea unui sendviș compozit. Așa după cum preciza Adrian Cîrciumaru, realizarea unui compozit cu proprietăți speciale poate implica, la un moment dat, utilizarea a doi sau mai mulți polimeri pentru formarea unui singur compozit și fără ca aceștia să fie amestecați înainte de realizarea compozitului.

După discuțiile purtate cu membrii comisiei de îndrumare, am înțeles importanța studiului (propus și pe baza experienței mele anterioare) legat de comportamentul – în special mecanic – al zonelor din materiale formate prin alăturarea a doi polimeri, pe care le-am numit joncțiuni polimerice. Acest studiu se poate dovedi de oarecare utilizate și în cazul reparării structurilor compozite, dat fiind faptul că, de obicei, structurile mari (pale de centrale eoliene) sunt reparate prin peticire (petice armate lipite pe structură prin intermediul unui polimer).

Un studiu pentru doi polimeri complet diferiți (de exemplu rășină epoxidică și rășină siliconică) ar fi fost greu de întreprins pe această nouă direcție așa încât am decis ca acest studiu să se refere la joncțiunile dintre doi polimeri din aceeași clasă (rășini epoxidice). Toate rășinile epoxidice de uz comercial (pentru turnare, laminare, acoperire, etc) au aceeași constituenți de bază (diglicidesterul bisfenolului A) dar rețetele amestecurilor sunt secrete și, indiferent de eforturile domnului profesor Adrian Cîrciumaru, nu am reușit să obținem mai multe date despre componentele chimice ale rășinilor sau întăritorilor.

Utilizarea a doi (sau mai mulți) polimeri pentru obținerea unui material armat înseamnă, de fapt, obținerea unui compozit armat (cu țesături) și care, între anumite straturi de armătură) are joncțiuni polimerice – zone de trecere de la proprietățile unui polimer la proprietățile celuilalt.

Obiectivul principal al studiului este legat de analiza proprietăților materialelor în zonele de joncțiune polimerică și pentru realizarea acestui obiectiv am stabilit două obiective parțiale, după cum urmează:

1. analiza proprietăților joncțiunilor polimerice în volum (adică joncțiuni polimerice obținute prin alăturarea directă a doi polimeri (ambii aflați în starea de amestec prepolimeric) și

2. analiza proprietăților materialelor compozite armate cu țesături și a căror matrice este eterogenă în sensul că există trei grupuri de straturi de armătură fiecare imersat într-un alt polimer.

Pregătirea studiului s-a bazat pe:

• analiza bibliografică privind studii de același tip realizate de alți cercetători;

• analiza și discutarea temelor de cercetare deja realizate la CCDCOMT, împreună cu coordonatorul și membrii echipei de îndrumare;

• familiarizarea cu metodele de formare a materialelor compozite folosite la CCDCOMT;

• analiza proprietăților rășinilor epoxidice și înțelegerea micilor diferențe dintre proprietățile acestora.

Realizarea primului obiectiv enunțat mai sus a presupus atingerea unor scopuri parțiale, fiecare corespunzând unei etape a studiului:

• stabilirea manierei de formare care să permită obținerea joncțiunilor polimerice;

• stabilirea tipului de matriță care să permită obținerea epruvetelor pentru toate tipurile de teste (tracțiune, încovoiere, compresiune);

• formarea materialelor martor, de asemenea, cu asigurarea necesarului de epruvete pentru testele menționate mai sus;

• formarea efectivă a materialelor și consolidarea acestora prin aplicarea tratamentului termic;

• extragerea epruvetelor;

• realizarea efectivă a testelor mecanice și interpretarea rezultatelor obținute;

• realizarea testelor termice și termomecanice și interpretarea rezultatelor acestor teste;

• interpretarea tuturor rezultatelor experimentale și formularea concluziilor astfel încât să fie posibilă trecerea la cel de-al doilea obiectiv.

Ca și în cazul primului obiectiv, și în cazul celui de-al doilea este necesară atingerea unor scopuri intermediare care se constituie în etape ale cercetării:

• identificarea tipului de matriță care să permită obținerea materialelor cu matrice alcătuită dintre trei polimeri (câte două joncțiuni polimerice pentru fiecare material);

• stabilirea numărului de plăci (material) formate astfel încât să fie posibilă obținerea epruvetelor pentru testele mecanice;

• stabilirea tipurilor de fibre utilizate pentru armare (în fapt, țesături) astfel încât să fie posibilă obținerea unui număr cât mai mare de date experimentale;

• stabilirea numărului de straturi de țesătură (același) utilizate pentru formarea unui material;

• formarea efectivă a materialelor urmată de consolidarea acestora prin tratament termic;

• analiza proprietăților electromagnetice ale materialelor;

• extragerea epruvetelor necesare efectuării testelor testelor mecanice, termice și termomecanice;

• efectuarea testelor mecanice – tracțiune, încovoiere, compresiune – și interpretarea rezultatelor acestora;

• formularea concluziilor finale și a temelor pentru continuarea studiului.

# **Capitolul 3**

#### Materiale și metode experimentale

#### 3.1. Joncțiunile polimerice

Bazat pe experiența acumulată la Centrul de Cercetare-Dezvoltare pentru Compozite cu Matrice Termorigide (CCDCOMT) studiul, așa după cum am precizat, este orientat pe analiza proprietăților materialelor (polimerice sau compozite cu matrice polimerice) care prezintă joncțiuni și am stabilit să utilizăm trei rășini epoxidice care au mai fost studiate și în alte cercetări. Un dintre aceste rășini – Epiphen RE40-DE4020 [201]– este cea pe care au fost realizate toate studiile de început la CCDCOMT, în timp ce celelalte două Epoxy Resin C [202] și Epoxy Resin HT2 [203] au fost studiate mai târziu. Oricum acesta este primul studiu în care este propusă analiza zonelor de joncțiune dintre acești polimeri.

Modalitatea de formare a materialelor cu joncțiuni s-a bazat pe semitransparența tuburilor de polipropilenă care permite vizualizarea nivelului la care se află lichidul în interiorul tubului. Pentru epruvetele necesare testelor de tracțiune a fost marcat mijlocul înălțimii tubului și cei doi polimeri au fost plasați în matrițe (cu ajutorul unei seringi al cărei piston a fost manevrat foarte lent), primul până la mijlocul înălțimii cilindrului, al doilea până la umplerea matriței. Astfel zona marcată (pe exteriorul tubului) devine zonă de joncțiune între cei doi polimeri. Pentru obținerea epruvetelor necesare testelor de încovoiere pe exteriorul tuburilor au fost trasate două semne (fiecare la 60mm față de capătul tubului) și în tuburi au fost introduse toate cele trei amestecuri pre-polimerice – primul până la primul marcaj, al doilea între cele două marcaje și al treilea de la ultimul marcaj până la capătul deschis al tubului. În acest fel în fiecare material format au apărut două joncțiuni polimerice.

Prin aceeași metodă am format, bineînțeles, și materialele martor (adică cele trei rășini epoxidice utilizate) de data aceasta umplând tuburile cu același amestec.

După încercări repetate am stabilit o metodă eficientă și care asigură un timp suficient pentru matrițarea amestecurilor polimerice. Această metodă constă în utilizarea agitatorului mecanic la o viteză de 200rot/min, cu adăugarea întăritorului după scufundarea paletei în rășina epoxidică în vasul de amestec. Acest regim a fost menținut timp de zece minute și a asigurat, în primul rând, omogenizarea amestecului și, în al doilea rând, eliminarea gazelor.

Total atipic, am lăsat la finalul secțiunii dedicate obținerii epruvetelor pentru studiul proprietăților joncțiunilor polimerice, tocmai maniera de amestec. Acest lucru are o logică legată de faptul că am folosit aceeași tehnică de amestec și pentru formarea materialelor armate cu țesături în care am format joncțiuni polimerice.

#### **3.2. Materiale armate**

La CCDCOMT există o tradiție a formării și caracterizării materialelor compozite cu matrice polimerice și armate cu țesături din cele mai uzuale fibre folosite în lumea actuală a materialelor moderne – fibre de sticlă, fibre de carbon, fibre aramidice

Scopul studiului este legat de analiza comportamentului joncțiunilor polimerice atât în materialele polimerice ca atare cât și în cazul materialelor compozite armate. Din acest motiv, având la dispoziție și studiile colegei noastre Ana Boboc, împreună cu membrii echipei de coordonare a studiilor am stabilit că ar fi oportun să formăm materiale cu șase tipuri de armături și, pentru fiecare material, o matrice neomogenă în care să se formeze joncțiuni polimerice. Fiecare tip proiectat de armătură este realizat din 15 straturi de țesătură. Fiecare cinci straturi dintr-un material sunt

îmbibate, înainte de a fi plasate în matriță, în alt pre-polimer (corespunzător celor trei tipuri de rășini epoxidice prezentate la începutul acestui capitol) astfel că o primă joncțiune polimerică apare între straturile 5 și 6 ale armăturii iar, a doua între straturile 10 și 11. Am stabilit, de asemenea, ca fiecare tip de polimer să se afle la mijlocul materialului fiind flancat de ceilalți doi. În cele ce urmează, un material va fi denumit (prescurtat) specificându-se clasa de armătură (AM, BM, CM, DM, EM sau FM) urmată de secvența de așezare a polimerilor în matriță ECH (joncțiuni E/C și C/H), HEC (joncțiuni H/E și E/C) și CHE (joncțiuni C/H și H/E).

În cazul studiului de față, am folosit opt tipuri de țesături, din fibre de sticlă, fibre de carbon și fibre aramidice. Două dintre aceste țesături au fost folosite pentru toate materialele formate ele alcătuind miezul compozitului (un pachet de nouă straturi din care opt din țesătură de fibră de sticlă și unul – cel median – din țesătură din fibre de carbon. În fig. 3.3. sunt redate imagini ale celor două țesături utilizate pentru formarea miezului compozitului – fotografiile au fost editate de domnul Adrian Cîrciumaru. Ambele țesături sunt țesături simple (fir de urzeală peste fir de bătătură) și au densități specifice apreciabile comparativ cu celelalte țesături utilizate. Plasarea stratului de țesătură de fibră de carbon (strat conductiv electric) la mijlocul miezului a fost făcută pentru a investiga o viitoare posibilitate de a cunoaște starea de încărcare a compozitului prin măsurători electrice.





Fig. 3.1. Țesăturile utilizate pentru miezul materialelor compozite

Toate cele șase armături au deci aceeași structură a miezului (se observă antisimetria straturilor 5 și 6 cu perechea lor – față de planul median – straturile 10 și 11). Altfel, din punctul de vedere al materialelor utilizate se observă simetria 4-7 cu 9-12. Orientările straturilor sunt raportate la latura mai lungă a matriței de sticlă și corespund unghiului dintre această direcție și direcția firelor (fasciculelor) de urzeală ale țesăturii de armare. Cu acestea putem descrie aranjamentul straturilor de armare pentru toate cele șase tipuri de armături.

Modul în care am folosit denumirea țesăturilor este același cu cel folosit de doamna Ana Boboc (în studiul pe care l-a realizat) deoarece de la acel studiu toți cei care am realizat și testat materiale am înțeles că este maniera care furnizează cele mai multe informații. Astfel litera sau literele reprezintă materialul fibrelor (S sticlă, C carbon, A aramidică) iar numerele reprezintă densitatea specifică (în g/m<sup>2</sup>). Combinația CA semnalizează țesătură hibridă din fibre de carbon și fibre aramidice.

Numărul stratului	Material și orientare
01	S163 (0°)
02	S163 (30°)
03	S163 (-30°)
Miez	
13	S163 (-30°)
14	S163 (30°)
15	S163 (0°)

Tabelul 1. Structura armăturii materialelor AM



Fig. 3.2. Ţesătura S163

Tabelul 2. Structura armăturii materialelor BM



Fig. 3.3. Țesătura CA188

belul 3. Structura armăturii materialelor CM



	Tabelul
Numărul stratului	Material și orientare
01	A61 (0°)
02	A61 (30°)
03	A61 (-30°)
Miez	
13	A61 (-30°)
14	A61 (30°)
15	A61 (0°)

Material și orientare

CA188 (0°)

CA188 (30°)

CA188 (-30°)

CA188 (-30°)

CA188 (30°)

CA188 (0°)

Numărul stratului

01

02

03

Miez

13 14

15

Tabelul 4. Structura armăturii materialelor DM



Numărul stratului	Material și orientare
01	CA68 (0°)
02	CA68 (30°)
03	CA68 (-30°)
Miez	
13	CA68 (-30°)
14	CA68 (30°)
15	CA68 (0°)

#### Tabelul 5. Structura armăturii materialelor EM



	labelul 5. S
Numărul stratului	Material și orientare
01	CA107 (0°)
02	CA107 (30°)
03	CA107 (-30°)
Miez	
13	CA107 (-30°)
14	CA107 (30°)
15	CA107 (0°)

Tabelul 6. Structura armăturii materialelor FM

ο[ <u>[]]</u> []][][][][][][][][][][][][][][][][
Fig. 3.7. Țesătura C120

Numărul stratului	Material și orientare
01	C120 (0°)
02	C120 (30°)
03	C120 (-30°)
Miez	
13	C120 (-30°)
14	C120 (30°)
15	C120 (0°)

Au fost pregătite cantitățile necesare (calculate) din fiecare tip de pre-polimer pentru a

asigura formarea a trei materiale în același timp – adică toate materialele dintr-o clasă au fost formate în același timp, respectând secvența rășinilor pentru a asigura cele două tipuri de joncțiuni amintite mai sus pentru fiecare tip de material. Rășina HT2, notată H, a fost prima realizată (are cel mai mare timp de gel) și a fost păstrată în baia de termostatare până au fost pregătite celelalte două). A doua a fost rășina C, păstrată și ea în baia de termostatare până la realizarea amestecului rășinii E.

Extracția probelor din matrițe a fost realizată la 21 de zile după turnare, adică șapte zile mai mult decât timpul de polimerizare recomandat de producătorul rășinii (14 zile). Plăcile obținute au fost, de asemenea, consolidate prin aplicarea tratamentului termic descris la obținerea joncțiunilor, tratament termic ce a fost aplicat în etuvă cu circulație liberă a aerului, fig. 3.12.

După consolidare au fost extrase, din fiecare material, epruvete pentru diferitele teste mecanice sau termice. Extracția a fost realizată prin utilizarea unei mașini de debitare cu jet de apă de înaltă presiune. Epruvetele pentru testele de tracțiune sunt cele prevăzute în standardele ISO 178/2001, respectiv, ASTM D 790-03.

Materialele formate au fost testate și pentru determinarea coeficientului de dilatare termică liniară (teste TMA) epruvetele fiind extrase cu carotiere diamantate antrenate de o mașină de găurit – fig. 3.14., având forme cilindrice cu lungimea generatoarei (înălțimii) cilindrului egală cu grosimea materialului (pentru aceasta au fost folosite marginile plăcilor rămase după debitarea epruvetelor pentru testele de tracțiune și compresiune. Din aceleași margini și folosind aceeași metodă de debitare au fost extrase epruvete pentru analize DSC (pentru determinarea căldurii specifice).



Fig. 3.8. Material din care au fost extrase epruvete pentru studiul TMA

#### 3.3. Metode de testare și echipamente utilizate

#### 3.3.1. Teste de tracțiune

Pentru realizarea testelor de tracțiune, după cum am arătat mai sus, am folosit metoda recomandată de standardul ISO 178/2001 (ASTM D 790-03), în cazul testelor pe materiale armate cu țesături deși standardele respective nu fac referire la materiale polimerice armate și există, cel puțin la CCDCOMT, o controversă bazată pe argumente în favoarea utilizării epruvetelor de tip halteră versus utilizarea epruvetelor paralelipipedice. Astfel că toate testele mecanice de tracțiune (pe materialele armate) au fost realizate pe mașina de client *Instron 8802* cu celulă de încărcare de maximum 25kN, cu bacuri cu strângere manuală.

Pentru testele care au vizat proprietățile mecanice ale joncțiunilor polimerice am folosit tot bacuri cu strângere manuală (aceeași celulă de încărcare) dar bacurile au fost schimbate înlocuindu-le pe cele pentru strângere plană cu cele pe care producătorul mașinii de teste le-a realizat la comandă (pentru CCDCOMT) pentru prinderea probelor cilindrice. Ambele tipuri de teste au fost realizate la viteze de încărcare recomandate de standardul menționat anterior, 5mm/min, iar aplicația software a mașinii a fost programată să înceteze testul la o scădere a încărcării de 20%.

#### 3.3.2. Testele de compresiune

Pe aceeași mașină au fost realizate teste de compresiune pentru toate materialele formate și prezentate mai sus. În acest caz bacurile necesare prinderii epruvetelor au fost înlocuite cu două platane și sensul încărcării celulei mașinii a fost inversat. Pentru testele efectuate pentru studiul joncțiunilor polimerice am folosit recomandările standardului ASTM D695\_15 (care se referă la testarea materialelor plastice rigide), în timp ce, pentru materialele armate cu țesături am folosit recomandările standardului ASTM D3846 (care se referă la rezistența la forfecare plană a materialelor plastice armate). Ca și alți colegi înaintea mea am constatat că standardele se referă la materiale utilizate pe scară largă în aplicații industriale și că materialele proiectate și realizate la CCDCOMT nu se pot încadra cu ușurință în categoriile de materiale prevăzute în standarde.

#### 3.3.3. Testele de încovoiere

Testele de încovoiere au fost realizate pe aceeași mașină universală de teste dar cu schimbarea suportului probei și a poansonului pentru aplicarea încărcării pentru testul de încovoiere în trei puncte. Toate testele au fost realizate conform standardului ASTM D7264 dar pentru epruvete de tip bară cilindrică (în cazul studiului joncțiunilor) și, respectiv, pentru epruvetă paralelipipedică (în cazul testelor pentru materialele armate cu țesături). Viteza de înaintare a poansonului a fost setată tot la 5mm/min (fig. 3.15.).







Fig. 3.9. Bacuri utilizate pentru testele mecanice

#### 3.3.4. Teste termice

În cazul studiului actual, principalul scop al testelor termice a fost legat de determinarea valorii căldurii specifice a materialelor formate știut fiind faptul că în timpul solicitărilor mecanice o parte din energie este transformată în energie termică (concretizată în încălzirea materialului testat) și, în unele cazuri ar putea fi interesantă evaluarea energiei mecanice eliberate prin încălzirea materialului.

Testele au fost realizate pe o mașină DSC 1 (*Mettler Toledo*) și evaluate cu aplicația software (Stare) pusă la dispoziție de producătorul echipamentului. Ciclul termic de testare a constat în încălzirea materialului de la 25°C la 125°C, menținerea la 125°C timp de trei minute și răcirea de la 125°C la 25°C determinările căldurii specifice fiind făcute atât pe încălzire cât și pe răcire. Ratele de încălzire și, respectiv, răcire au fost setate la 10°C/min, conform recomandărilor standardului – fig. 3.16.



Fig. 3.10. Calorimetrul cu scanare diferențială DSC 1 Mettler-Toledo

#### 3.3.5. Teste termomecanice

Stabilitatea dimensională a unui material este unul dintre cele mai importante proprietăți în proiectarea structurilor compozite. În aceste condiții coeficientul de dilatare termică liniară al unui material devine un parametru esențial. Este cunoscut faptul că unele fibre utilizate în mod curent pentru armarea polimerilor au, pe direcție transversală, coeficienți de dilatare negativi, adică se contractă atunci când sunt încălzite. Acest lucru poate constitui un avantaj (căutând un echilibru între dilatarea matricei și contracția fibrelor) asigurând constanța dimensiunilor (cel puțin pe direcție perpendiculară pe planul de armare) dar poate constitui și un mare dezvantaj în condițiile în care contracția transversală a fibrelor poate conduce la distrugerea interfazei fibră-matrice, cea care este determinantă pentru răspunsul macroscopic al materialului (este cea care asigură transferul încărcărilor exterioare de la matrice spre fibre).





Fig. 3.11. Analizator termomecanic TMA/SDTA 840, Mettler Toledo

Pentru determinarea valorilor coeficientului de dilatare termică liniară al materialelor armate cu țesături și cu matrice stratificată (pentru obținerea joncțiunilor) am utilizat echipamentul TMA/SDTA 840 (*Mettler-Toledo*) controlat de aplicația software Stare care permite și evaluarea valorii parametrului analizat – fig. 3.17. Ca și în cazul analizei DSC, am determinat valorile coeficientului de dilatare termică liniară în timpul încălzirii (controlate) a materialului și al răcirii (naturale) a acestuia. Viteza de încălzire a fost setată al 10°C/min – standard ASTM E831 și au fost realizate numai perpendicular pe planul de armare.

#### 3.3.6. Măsurări electrice

Pentru determinarea parametrilor electromagnetici ai plăcilor compozite armate am folosit metoda standard recomandată în electrotehnică pentru analiza plăcilor izolatoare și care presupune utilizarea unei celule de măsurare – fig. 18. toate rezultatele fiind citite, la diferite frecvențe fixate, pe un RLC-metru. Colegii de la CCDCOMT care au lucrat înaintea mea au

realizat o aplicație care permite înregistrarea directă a rezultatelor în tabele de tip excel ceea ce ușurează foarte mult metoda.





Fig. 3.12. RLC-metru Protek și celula de măsurare. Interfața aplicației realizate la CCDCOMT

#### 3.4. Concluzii

- am realizat materiale polimerice pentru a obține joncțiuni între două rășini epoxidice;

- am stabilit maniera de turnare astfel încât să fie asigurate condiții optime de manevrare a prepolimerilor – pentru probele turnate în matrițe cilindrice;

- pentru asigurarea epruvetelor necesare testelor am realizat două tipuri de turnare în matrițe cilindrice – unul cu două rășini (pentru teste de tracțiune) și unul cu toate cele trei rășini (pentru testele de încovoiere și compresiune);

- am realizat materiale armate cu țesături în șase configurații diferite de armătură dar păstrând același *miez* pentru toate materialele;

- am decupat și pregătit câte șase seturi de armături pentru fiecare configurație de material armat – câte două plăci pentru fiecare configurație a matricei;

- pentru fiecare configurație de armătură matricea polimerică a fost stratificată pentru a obține – între straturile 5 și 6 și, respectiv, 10 și 11 (straturi din miez) cele trei tipuri de joncțiuni posibile;

- pe plăcile formate am realizat testele electrice și electromagnetice;

- am extras epruvetele necesare testelor mecanice, termice și termomecanice;

- am stabilit condițiile de testare ale materialelor (conform standardelor).

# Capitolul 4

### Analiza rezultatelor testelor de tractiune

#### 4.1. Rășini epoxidice și materiale cu joncțiuni

Răsina epoxidică Epiphen RE4020-DE4020 este o răsină epoxidică cu o gamă de aplicatii extrem de largă – începând de la acoperiri protective, trecând prin laminare și sfârșind cu turnare în matriță. Celelalte două rășini utilizate sunt rășini cu destinație specială fiind utilizate mai ales în industria aeronautică pentru constructia aparatelor de zbor de agrement de dimensiuni mici. Alte studii realizate la CCDCOMT au arătat faptul că cele două rășini (C și HT2) sunt mai rigide decât răsina Epiphen. După cum am arătat deja, în capitolul anterior, pentru simplificarea descrierii materialelor testate răsina Epiphen RE4020-DE4020 va fi indicată cu E, răsina epoxidică C cu C și rășina epoxidică HT2 cu H iar joncțiunile lor CE, CH și, respectiv HE.



Fig. 4.13. Curbele  $\sigma/\epsilon$  pentru cele trei răsini epoxidice

Testele de tractiune pentru caracterizarea celor trei rășini epoxidice analizate de-a lungul studiului - fig. 4.1. indică faptul că rășina epoxidică de tip C este mai fragilă (rezultatele obtinute pentru cele cinci epruvete testate sunt dispersate). Fiind o răsină utilizată pentru acoperire sau laminare cea mai importantă proprietate a ei este aderența, chiar dacă producătorul oferă, în fișa tehnică, un număr de caracteristici pentru reperul obținut prin turnare.







Fig. 4.14. Curbele  $\sigma/\epsilon$  pentru materialele cu joncțiuni

Într-o discuție purtată cu membrii comisiei de îndrumare am căutat răspunsuri referitoare la dispersia rezultatelor obținute și se poate spune că aceasta provine din momentul formării materialului respectiv. Pe măsură ce avansează procesul de turnare în matriță, amestecurile prepolimerice sunt din ce în ce mai vâscoase ceea ce conduce, cu siguranță la diferențe de comportament ale materialelor finale. Probabil că ar fi fost interesant să marchez fiecare epruvetă astfel încât să existe un control și asupra momentului turnării. Un alt aspect este legat de faptul că tuburile cilindrice au fost încărcate prin intermediul seringilor.



Fig. 153. Modulele de elasticitate la tracțiune și curbe medii ale materialelor cu joncțiuni

În ceea ce privește modulele de elasticitate ale materialelor cu joncțiuni, acestea sunt redate în fig. 21. Trebuie să precizez faptul că este vorba de modulele de elasticitate evaluate pe primele zone liniare ale curbelor  $\sigma/\epsilon$  (între  $\epsilon$ =0.000 și  $\epsilon$ =0.005 – calculat 1 și între  $\epsilon$ =0.010 și  $\epsilon$ =0.020 – calculat 2). Această evaluare (pe două zone ale curbelor  $\sigma/\epsilon$ ) are legătură cu modul în care evoluează materialele armate și a fost făcută după analiza datelor experimentale referitoare la materialele armate. Ceea ce este important este faptul că pe acest al doilea palier

al curbelor modulul de elasticitate are o valoare mai mică decât celelalte două valori analizate (calculat 1 care corespunde începutului testului și automat care corespunde întregului domeniu de analiză). Datele oferite de aplicația software a mașinii de teste, după cum am precizat anterior, se referă la modulul de elasticitate pe tot domeniul de analiză (până la ruperea epruvetei), așa după cum a explicat Radu Bosoancă [204].

#### 4.2. Concluzii - materiale cu joncțiuni (tracțiune)

- testele de tracțiune efectuate pe epruvete realizate din cele trei rășini epoxidice analizate au demonstrat că rășinile C și H sunt mai fragile (C chiar mai fragil decât H) în comparație cu rășina E;

- modulele de elasticitate determinate pe primele zone liniare ale curbelor σ/ε sunt apropiate de valorile determinate de producătorii rășinilor, ceea ce înseamnă că au fost respectate toate recomandările privind utilizarea acestora;

- în timpul testelor epruvetele ce conțineau joncțiuni s-au rupt – de cele mai multe ori – în partea constituită din rășina mai fragilă;

- sunt foarte puține cazurile în care epruveta a cedat în zona joncțiunii ceea ce înseamnă că alăturarea celor doi polimeri (încă din faza de pre-polimer a acestora) nu afectează cu nimic răspunsul global al epruvetelor;

- materialele cu joncțiune CH prezintă o valoare a modulului de elasticitate superioară modulelor de elasticitate ale celor două rășini;

- este posibil ca rezultatele să fie influențate de contaminări ale probelor – amestec dintre urmele de rășină rămase pe pereții cilindrului de la plasarea în acesta a primei rășini și cea de-a doua rășină;

#### 4.3. Materiale armate cu țesături și cu matrice stratificată

Așa după cum am arătat în capitolul trei, materiale cu matrice stratificată au fost formate în șase variante de armare care diferă numai prin tipul de țesătură utilizată pentru straturile exterioare ale fiecărui material (câte trei de fiecare parte). Toate materialele au același *miez*, adică o distribuție identică a unui număr de nouă straturi de țesătură.

Rezultatele testelor de tracțiune vor fi prezentate (sub forma curbelor  $\sigma/\epsilon$ ) și vor fi însoțite de imagini ale epruvetelor testate. De la stânga le dreapta epruvetele sunt ordonate în ordinea testării (de la 1 la 8) dar am preferat să nu prezentăm și regiunile de prindere în bacuri pentru a avea mai multe detalii ale zonelor de fractură.







Fig. 4.4. Curbele σ/ε și epruvetele testate pentru materialele AM

Deși curbele  $\sigma/\epsilon$  prezintă mai multe scăderi ale eforturilor (corespunzând ruperii succesive a straturilor sau pachetelor de straturi) epruvetele nu au fost rupte (adică separate în două piese diferite) dar testele au fost încheiate deoarece încărcarea s-a redus cu peste 50% din valoarea maximă atinsă. Aparent straturile exterioare sunt fracturate dar fracturile afectează și miezul materialelor.





Fig. 4.7. Analiza fotografică AM\_HEC



Fig. 4.6. Curbe medii o/ɛ matenale AM

Se poate observa faptul că majoritatea epruvetelor testate sunt deformate într-un plan care conține planul median al armăturii dar apar și deformații perpendiculare pe acest plan (care nu pot fi redate în imaginile generale ale epruvetelor). În ceea ce privește primul tip de deformare, acesta ar putea fi pus pe seama unei alinieri greșite a epruvetei în bacuri adică să existe o deviație a axei epruvetei față de direcția de încărcare. În timpul realizării testelor o astfel de eroare este aproape normală (oboseala este cea mai bună explicație) dar nu ar justifica deformarea tuturor epruvetelor. Pentru al doilea tip de deformare este foarte clar că este determinată de structura materialului și de proprietățile armăturilor și rășinilor

În fig. 4.9. sunt redate curbele medii σ/ε pentru materialele AM și se poate observa că diferențele sunt destul de mici, materialul care are cel mai mic răspuns ECH cu rășina E în primele cinci straturi și rășinile C și H în ultimele deci putând fi afectate de creșterea vâscozității amestecurilor pre-polimerice. Cel mai bun răspuns, materialul AM\_HEC cu rășina E în miez și cu rășinile mai fragile la exterior.



Fig. 4.9. Curbele  $\sigma/\epsilon$  și epruvetele testate pentru materialele BM

Spre deosebire de materialele AM, deformările laterale ale epruvetelor materialelor BM sunt mai puțin evidente – fig. 27. Cele mai slabe răspunsuri corespund matricelor CHE și dispersia cea mai mică a răspunsurilor se înregistrează în cazul materialelor cu matrice HEC (spre deosebire de materialele AM). De aici se poate concluziona faptul că influența straturilor exterioare este foarte importantă din perspectiva eventualei adeziuni mai puternice a rășinilor la fibrele de carbon și cele aramidice. Un alt factor care trebuie luat în considerare este legat de grosimea straturilor exterioare (mai mare în acest caz decât în cazul materialelor de tip AM).



Fig. 4.10. Analiza fotografică BM\_CHE

Fig. 4.11. Analiza fotografică BM\_ECH



Fig. 4.12. Analiza fotografică BM\_HEC



Spre deosebire de materialele de tip AM, analiza fotografică a fracturilor (fig. 4.10 – 4.13.) nu relevă diferențe semnificative între cele trei tipuri de matrice.

Materialele CM sunt materiale pentru care straturile exterioare sunt realizate din țesătură din fibre aramidice având o densitate specifică de numai 61g/m<sup>2</sup> și o grosime de numai 100µm (cea mai subțire țesătură utilizată).



Fig. 16 Curbele σ/ε și epruvetele testate pentru materialele CM

În fig. 4.14. sunt redate curbele  $\sigma/\epsilon$  pentru materialele CM și aspectul epruvetelor testate. Pentru materialul CM\_ECH, la prima epruvetă, se observă efecte și în imediata vecinătate a capetelor zonei de angajare și acestea pot fi puse pe seama diferențelor de grosime ale epruvetei (mult mai evidente dacă straturile exterioare o o grosime foarte mică). Cum din toate epruvetele testate (pentru toate variantele CM) este singura se poate considera un caz izolat. În celelalte cazuri lucrurile sunt diferite: materialele CM\_HEC au rupere preponderentă în zona de angajare (excepție epruvetele cu numerele 5, 7 și 8). În cazul

epruvetelor CM\_ECH toate s-au rupt în zona de angajare, în timp ce, pentru epruvetele CM\_CHE se observă că acestea cedează la unul dintre capetele zonei de angajare.

Ca și în cazurile anterioare, o imagine mai bună a efectelor asupra epruvetelor se poate obține făcând analiza foto a epruvetelor testate (fig. 4.15. – 4.18.) și, respectiv, făcând analiza comparativă a curbelor medii efort deformare (fig. 4.19.).



Rezultatele testelor de tracțiune pentru materialele de tip DM sunt redate în fig. 4.19., în coloana din stânga și se poate observa faptul că dispersia datelor este mult mai mare decât la toate celelalte materialele. Un asemenea rezultat nu poate fi pus în exclusivitate pe defecte ale materialelor cu atât mai mult cu cât, în toate cazurile, fracturile epruvetelor apar în zonele de angajare ale acestora (fig. 4.19., coloana din dreapta). Mai mult, epruvetele par mai puțin afectate din punctul de vedere al deformărilor laterale (în comparație cu alte materiale studiate anterior). Cea mai mare dispersie este, din nou, înregsitrată pentru matricea ECH.





Fig. 4.19. Curbele  $\sigma/\epsilon$  și epruvetele testate pentru materialele DM

În fig. 4.20. – 4.23. sunt redate (conform protocolului enuntat anterior) imaginile fracturilor materialului și se pot observa mici deformări antero-posterioare ale epruvetelor care pot fi puse pe seama păstrării integrității fizice a unei părți a miezului (cazul CM ECH) și a expandării armăturii (fibrelor) datorată fărâmițării matricei - în acest caz joncțiunile polimerice sunt supuse unei compresii care, în funcție de proprietățile matricelor (modulul de elasticitate la compresiune) conduce la fragmentarea masivă a polimerului





Fig. 4.22. Analiza fotografică DM\_HEC



Fig. 4.23. Curbe medii  $\sigma/\epsilon$  materiale DM

Următoarea clasă de materiale este mai specială deoarece straturile exterioare nu sunt realizate din tesături de fibre ci dintr-o împâslire ordonată de fibre de carbon și fibre aramidice sustinută de o împâslire de fibre de sticlă. Pentru o astfel de armătură, răspunsul materialului este greu de anticipat. În fig. 4.24. sunt prezentate curbele  $\sigma/\epsilon$  și epruvetele testate pentru clasa de materiale EM.







Fig. 4.24. Curbele  $\sigma/\epsilon$  și epruvetele testate pentru materialele EM

Răspunsurile materialelor sunt foarte grupate (curbele  $\sigma/\epsilon$ ) pentru oricare dintre cele trei variante de matrice, cu cea mai mare dispersie pentru matricea CHE și cu cea mai mică pentru matricea HEC. Se observă o reducere a efortului maxim (comparativ cu celelalte materiale analizate până acum) care poate fi ușor explicată prin absența distribuției ordonate a fibrelor în straturile exterioare.

În toate cazurile (după cum se poate observa din analiza fotografiilor epruvetelor) straturile exterioare au cedat împreună lăsând la vedere primele straturi din miez (țesături din fibre de sticlă). Neexistând ordine a fibrelor în aceste straturi acestea au cedat în mod diferit pe cele două fețe ale epruvetei (până acum zonele de fractură au coincis pe cele două fețe ale epruvetelor) – fig. 4.25. – 4.26. Aceste straturi răspund ca straturi omogene și izotrope, asemănător furnirului aplicat pe lemn sau stratului melaminat pe PAL.



Fig. 4.25. Analiza fotografică EM\_CHE



Curbe  $\sigma/\epsilon$ 



\_\_\_\_\_\_EM\_CHE \_\_\_EM\_ECH \_\_\_EM\_HEC

Fig. 4.27. Curbe medii o/ɛ materiale EM

În fig. 4.29. sunt redate curbele efort/deformare și imaginile epruvetelor testate pentru materialul FM cu cele trei variante de matrice epoxidice. Prima observație este legată de faptul

că efortul maxim este mai mare decât toate valorile corespunzătoare obținute la materialele analizate până în acest moment. Multe dintre epruvete se rup în imediata vecinătate a unui capăt al zonei de angajare. Spre deosebire de cazurile analizate anterior, în cazul materialelor FM se constată dispersii mari ale rezultatelor înregistrate pentru două dintre variantele de matrice (ECH și HEC).



Fig. 4.29. Curbele  $\sigma/\epsilon$  și epruvetele testate pentru materialele FM

Și în acest caz se observă deformări laterale ale epruvetelor (cele două fragmente rezultate în urma fracturii se deplasează lateral unul în raport cu celălalt) dar, pe curbele efort deformare, nu sunt vizibile zone de fracturi repetate – materialul răspunde ca materialele BM și DM (cele la care există fascicule de fibre de carbon în straturile de armare).





În fig. 4.34. sunt redate valorile modulelor de elasticitate ale materialelor în funcție de tipul de armătură. Armăturile materialelor AM sunt realizate din țesături din fibre de sticlă (cu excepția stratului median realizat din țesătură de fibre de carbon) și, presupunând că natura interfazei polimer-fibre de sticlă este aceeași indiferent de tipul de polimer și de caracteristicile fibrelor de sticlă din cele două țesături, se poate explica faptul că toate materialele din această clasă au, practic, același modul de elasticitate.

Cea mai mare valoare a modulului de elasticitate se înregistrează pentru DM\_CHE care are în straturile exterioare o țesătură mixtă (fibre aramidice și fibre de carbon) foarte subțire. Cea mai mică valoare – EM\_CHE care are în straturile exterioare materialul CA30 despre care am discutat anterior. Teoretic n-ar trebui să existe diferențe foarte mari între materialele care au rășina E la exterior, deoarece celelalte două rășini (mai fragile) formează pachete de câte 10 straturi de armătură care ar trebui să determine comportamentul materialului.

În fig. 4.35. este prezentată o analiză comparativă a modulelor de elasticitate ale materialelor (calculate și automate) dar pe matrice (nu pe materiale, ca până acum).



Fig. 4.35. Modulele de elasticitate la tracțiune ale materialelor - analiză pe matrice

Datele prezentate sub formă grafică în fig. 4.35. Sugerează un comportament asemănător al materialelor cu matrice CHE sau ECH și diferit față de acestea pentru materialele cu matrice HEC. În plus, așa după cum se poate observa din analizele fotografice ale epruvetelor, prezentate mai sus, în cazul acestor din urmă materiale expandarea epruvetelor în zona fracturii este simetrică față de stratul median al armăturii. Aceasta înseamnă că prezența celor două joncțiuni CE și HE în miezul materialului echilibrează comportamentul epruvetei după fracturare. În celelalte două cazuri, după cum precizam anterior, alăturarea rășinilor C și H produce o matrice rigidă care determină comportamentul epruvetei (înainte și după fracturare) afectând 10 din cele 15 straturi de armătură.

#### 4.4. Concluzii parțiale – teste de tracțiune – materiale armate

- grosimile materialelor armate cu țesături și cu matrice stratificată (conținând două joncțiuni polimerice) sunt diferite și diferențele sunt generate de proprietățile țesăturilor utilizate pentru armare în straturile exterioare;

- în timpul testelor de tracțiune pentru materialele armate, joncțiunile polimerice nu sunt solicitate pe aceeași direcție ca în cazul materialelor polimerice conținând joncțiuni, ci pe o direcție perpendiculară pe aceasta astfel că rezultatele obținute pentru materialele polimerice cu joncțiuni (module de elasticitate, de exemplu) nu pot fi utilizate pentru explicarea fenomenelor ce se petrec la materialele armate solicitate la tracțiune;

- în principiu, solicitarea axială a epruvetelor materialelor armate determină solicitarea transversală a joncțiunilor (perpendicular pe planul joncțiunii) adică o solicitare la compresiune;

- toate curbele efort/deformare (pentru oricare material armat și pentru orice secvență a polimerilor în matrice) prezintă, la început, o foarte scurtă zonă liniară care corespunde răspunsului materialului, după aceasta matricea cedează și răspunsul este dat de armătură alături de alte fenomene de fracturare și fragmentare a matricei;

- poate fi identificată o dependență a răspunsului materialului de grosimea straturilor exterioare ale armăturii (proprietățile țesăturilor folosite în aceste straturi – cazurile AM, BM, FM) dar și de natura fibrelor din care sunt realizate țesăturile folosite ca armătură în aceste straturi exterioare (cazurile AM și FM și, respectiv, BM și DM);

- joncțiunile polimerice (CE, CH și HE) se află în interiorul *miezului* armăturii materialului compozit și se poate constata, pentru toate materialele, faptul că cedează straturile din țesătură realizată din fascicule de fibre de sticlă;

- urmare a fracturării fibrelor de sticlă (modul de elasticitate redus) acestea se depărtează de pozițiile lor în material generând efectul de expandare a armăturii în zona fracturii;

- pentru materialele cu matrice CHE sau ECH (la care matricele rigide sunt alăturate) cele două pachete de straturi exterioare ale armăturii cedează, în general, la niveluri diferite în timp ce, pentru materialele cu matrice HEC, straturile exterioare cedează la același nivel pe cele două fețe ale materialului;

- pentru toate materialele studiate nu am constatat delaminări (în urma analizei fotografiilor), cu excepția materialelor cu țesături subțiri în straturile exterioare (CM și DM), după cum am precizat, în cazul EM comportamentul este diferit fiind vorba de împâslire;

- pentru toate tipurile de matrice modulul de elasticitate (automat) al materialului EM este cel mai mic și, într-o oarecare măsură, dat fiind modul în care cedează materialul, ar putea reprezenta modulul de elasticitate al miezului armăturii;

- observația de mai sus este utilă atunci când trebuie explicat modul în care fibrele sunt smulse din matrice – în fapt sunt fibre aflate în centrul fasciculelor și nu sunt foarte bine prinse în polimer (spre deosebire de cazul țesăturilor subțiri).

### **Capitolul 5**

#### Analiza rezultatelor testelor de compresiune

#### 5.1. Rășini epoxidice și materiale cu joncțiuni

În cadrul analizei proprietăților mecanice ale materialelor studiate, testele de compresiune au o semnificație specială dat fiind faptul că, așa după cum am amintit în capitolul 4, atunci când materialele armate cu țesături și cu matrice conținând două joncțiuni sunt testate la tracțiune (întindere) distribuția eforturilor conduce la o solicitare la compresiune a zonelor de joncțiune, compresiune exercitată de straturile adiacente de armătură.

Ca și în cazul testelor de tracțiune, analiza începe cu studiul compresiunii rășinilor epoxidice utilizate în studiu și, tot ca în cazul testelor de tracțiune, acestea au fost realizate împreună cu colega mea, doamna Irina Țîcău, căreia, încă o dată îi mulțumesc. Pentru fiecare rășină au fost testate câte cinci epruvete și rezultatele obținute sunt prezentate în fig. 5.1. Se poate observa, din analiza imaginilor alăturate reprezentărilor grafice, modul diferit în care cele trei rășini răspund solicitării la compresiune.

În cazul rășinii C se poate observa faptul că toate cele cinci epruvete testate au rămas în poziție verticală între cele două platane și au apărut fisuri longitudinale în acestea (fragmentări). În cazul rășinii E, două dintre epruvete au alunecat și eforturile aplicate nu au mai fost axiale generând deformația extraaxială a probelor (forma literei s) fără însă a prezenta fisuri. Pentru celelalte trei epruvete, sunt observabile fisuri (diferite ca aspect de cele observate în cazul rășinii C), pentru epruvetele 1 și 5 tot în urma alunecării iar pentru epruveta 4 cu fragmentare totală (cu multiple evenimente observabile pe ultima parte a curbei  $\sigma/\epsilon$ . În cazul rășinii H, una dintre epruvete a alunecat (epruveta 1) căpătând forma literei s, epruvetele 2 și 3 sunt fragmentate masiv iar epruvetele 4 și 5 au un aspect asemănător epruvetelor 1 și 5 ale rășinii E dar cu un nivel de fragmentare mai mare decât al acestora.





Fig. 5.1. Curbele efort/deformare pentru rășinile studiate și imaginile epruvetelor testate (compresiune)

După modul în care epruvetele cedează în urma comprimării se pot face aceleași constatări ca și în cazul testelor de tracțiune. Rășina C este cea mai casantă, urmată de rășina H și, în final, cea mai puțin casantă, rășina E. De asemenea, se poate observa fragmentarea masivă – un număr mare de fragmente rezultate în urma solicitării – a rășinii cu cât aceasta este mai fragilă (rigidă). Această observație are legătură cu cele afirmate în capitolul 4 cu referire la modul în care se fracturează epruvetele din compozite armate și efectele fracturărilor – expandarea fasciculelor de fibre datorată fragmentării rășinii.

În fig. 5.2. sunt redate curbele medii pentru cele trei rășini analizate și se poate constata că amplitudinea răspunsurilor este aceeași ca în cazul testelor de tracțiune (fig. 19. Capitolul 4), cu cel mai important răspuns din partea rășinii E și cu cel mai mai mic din partea rășinii C.



Fig. 5.2. Curbele medii efort deformare pentru cele trei rășini studiate (compresiune)

În ceea ce privește materialele polimerice care conțin joncțiuni, testele au fost realizate în aceleași condiții în care au fost testate epruvetele realizate din cele trei rășini analizate și rezultatele sunt prezentate în fig. 5.3.







În cazul acestor teste epruvetele au alunecat mai puțin între platane și, ca rezultat testele au continuat până la distrugerea probelor așa după cum se poate observa din imaginile prezentate. Cel mai mare efort corespunde joncțiunii CE, pentru celelalte două joncțiuni eforturile fiind comparabile (în limita de elasticitate) dar cu pante vizibil diferite ale curbelor efort/deformare.

În cazul materialelor cu joncțiuni fragmentarea este mult mai evidentă decât în cazul studiului rășinilor utilizate. Prezența rășinii C (în cele două tipuri de joncțiuni pe care le formează) afectează răspunsul probelor testate, joncțiunile CE fiind cele cu răspunsurile cele mai dispersate (cea mai fragilă și cea mai puțin fragilă dintre rășini).

Modulele de elasticitate la compresiune (calculate, ca și în cazul testelor de tracțiune, pe prima zonă liniară și pe zona liniară ce urmează punctului de inflexiune pe curbele efort/deformare) sunt prezentate în fig. 5.4. pentru fiecare material care conține o joncțiune alături de modulele de elasticitate ale celor doi polimeri care formează joncțiunea.



**Fig. 5.4.** Modulele de elasticitate și curbele  $\sigma/\epsilon$  medii ale materialelor care conțin joncțiuni (compresiune)

În fig. 5.4. se poate observa că cel mai slab răspuns la compresiune corespunde joncțiunii CH (joncțiune între cei mai rigizi polimeri) în timp ce joncțiunile care conțin rășina E au comportament apropiat. Este de așteptat, în acest sens, ca materialele armate care conțin joncțiunea CH să aibă un comportament diferit față de cele care conțin joncțiunile CE și EH. Acest lucru a fost deja evidențiat în cazul analizei realizate pe rezultatele testelor de tracțiune.

#### 5.2. Concluzii - materiale cu joncțiuni (compresiune)

- testele de compresiune realizate atât pe polimeri cât și pe materiale conținând joncțiuni polimerice relevă o fragmentare masivă a probelor atât pe direcția aplicării efortului cât și pe direcție perpendiculară pe direcția aplicării efortului;

 - în condițiile în care testele de tracțiune au indicat fragilități diferite ale celor trei rășini epoxidice (cu C cea mai fragilă și E cea mai puțin fragilă) materialele au un comportament afectat de aceste proprietăți, în ceea ce privește fragmentarea dar și în ceea ce privește răspunsul elastic, modulele de elasticitate la compresiune și tracțiune sunt aproximativ egale doar pentru rășina H (este vorba despre valorile calculate ale modulelor de elasticitate);

- valorile modulelor de elasticitate la compresiune evaluate prin intermediul aplicației software care controlează mașina de teste sunt mult mai mari decât cele determinate (calculate) pe zona de răspuns elastic deoarece, pe de o parte mașina nu detectează momentul în care proba nu mai răspunde elastic și, pe de altă parte, deoarece evaluarea modulului de elasticitate se face prin raportarea efortului la sfârșitul testului la deformația înregistrată în același moment fără a ține cont de modificarea ariei secțiunii transversale a epruvetei;

- cel mai bun răspuns la compresiune îl au materialele care conțin joncțiuni CE și EH (joncțiune între un polimer rigid și unul mai puțin rigid).

#### 5.3. Materiale armate cu țesături și cu matrice stratificată

În cazul testelor de compresiune am încercat să aplicăm efortul în planul de armare și, în mod evident, cea mai mare provocare a fost aceea de a plasa epruvetele între platanele de compresiune. Acest lucru nu a fost totdeauna posibil deoarece, debitarea epruvetelor a condus la obținerea unor probe aproape paralelipipedice cu baza pătrat și având înălțimea egală cu grosimea materialului. În aceste condiții, de cele mai multe ori, eforul a fost aplicat extraaxial și este de așteptat ca rezultatele determinărilor să fie puternic influențate de acest lucru. Oricum, chiar dacă nu vom considera precise rezultatele determinărilor, efectul compresiunii asupra epruvetelor (încărcare paralelă cu planul de armare) poate conduce măcar la analiza calitativă a fenomenelor ce se petrec în material.

În fig. 5.5. sunt redate curbele  $\sigma/\epsilon$  pentru cele trei materiale de tip AM, împreună cu imaginile epruvetelor după testare.





Fig. 5.5. Curbele efort/deformare și imaginile epruvetelor testate (compresiune) - AM

Comportamentele la compresiune (profilurile curbelor  $\sigma/\epsilon$ ) sunt dispersate tocmai datorită celor expuse în deschiderea acestui subcapitol. Zonele de început ale curbelor (care ar fi trebuit să fie liniare) sunt curbate și corespund intervalului necesar deformărilor care fac epruvetele să se așeze perfect între platane. După zonele de încărcare efectivă sunt observabile (în multe cazuri) evenimente care corespund fracturărilor parțiale ale unor straturi, după care probele alunecă și testele sunt întrerupte.

Pentru materialele de tip AM straturile exterioare sunt straturi groase realizate din țesătură de fascicule de fibre de sticlă (fibre rigide) și efectele vizibile în imagini constau de cele mai multe ori în fracturarea acestor straturi.



Fig. 5.6. Curbele efort/deformare şi imaginile epruvetelor testate (compresiune) – BM În fig. 5.6. sunt prezentate curbele efort/deformare şi imaginile epruvetelor testate din materialele BM – materiale care la exterior au ca şi materialele AM straturi de armare realizate din ţesături groase. De această dată straturile exterioare de armătură sunt realizate din ţesătura hibridă realizată din fascicule de fibre de carbon şi fascicule de fibre aramidice.



Fig. 5.7. Curbele efort/deformare și imaginile epruvetelor testate (compresiune) - CM

Pentru materialele de tip CM (fig. 5.7.) se poate observa fracturarea straturilor exterioare dar această fracturare poate fi determinată de faptul că fețele de tăiere ale epruvetelor nu sunt plan-paralele și, până la așezarea epruvetei, straturile exterioare sunt deformate sub o acțiune extraaxială după care eforturile sunt preluate de miezul materialului.





Fig. 5.8. Curbele efort/deformare și imaginile epruvetelor testate (compresiune) - DM

În cazul materialelor CM\_ECH sunt vizibile și fracturări ale straturilor miezului materialului așa cum am constatat la materialele AM dar, de cele mai multe ori, miezul rămâne neafectat. Pentru materialul CM\_HEC se constată cea mai mică dispersie a datelor experimentale dar acest lucru este valabil și pentru materialele AM și BM cu aceeași matrice HEC.

În cazul materialelor de tip DM (fig. 5.8.), aspectul probelor după testare este asemănător celui al probelor din materialul BM, cu afectarea straturilor exterioare (care de această dată sunt subțiri). Sunt observabile și fracturi (cu alunecarea fragmentelor rezultate) ale miezului materialului semn că eforturile sunt preluate de miez și straturile exterioare nu au foarte mare influență. Ca și în cazul materialelor CM (tot cu straturi exterioare subțiri) se observă fracturări ale acestora în vecinătatea marginilor epruvetelor (chiar dacă în acest caz aceste fracturi nu sunt ușor vizibile în fotografii datorită modelului coloristic al țesăturilor).

Materialele de tip EM sunt materiale cu straturi exterioare de armătură foarte subțiri dar care, spre deosebire de toate celelalte materiale analizate, nu sunt realizate dintr-o țesătură ci dintr-o împâslire. În cazul testelor de tracțiune am văzut că pachetele de câte trei straturi exterioare ale acestor materiale cedează toate odată pe o direcție perpendiculară pe direcția încărcării epruvetei. În fig. 5.9. sunt redate curbele efort deformare și aspectul epruvetelor testate la compreiune pentru materialele EM.

Sunt ușor observabile delaminări în interiorul materialului cauzate cel mai probabil de faptul că, practic, straturile exterioare de armătură nu preiau din efortul de compresiune și atunci acesta este distribuit pe *miezul* armăturii alcătuit din țesătură de fibre de sticlă (rigide pe direcție longitudinală).





Fig. 5.9. Curbele efort/deformare și imaginile epruvetelor testate (compresiune) - EM

În cazul materialului EM\_CHE delaminările sunt la nivelul adiacenței dintre straturile exterioare și primele straturi ale miezului. În cazul celorlalte două tipuri de matrice delaminările apar atât în interiorul *miezului*, cât și, aparent, la nivelul joncțiunii dintre doi polimeri (epruvetele 4 și 5 ale EM\_ECH și epruvetele 1și 2 ale EM\_HEC).

Faptul că răspunsurile materialelor sunt mult mai grupate decât în cazul celorlalte materiale (dispersia rezultatelor este mult mai mică) validează ipoteza că straturile exterioare nu preiau din efortul de compresie și răspunsul materialelor este acela al *miezului* și acest răspuns depinde de polimerul predominant (H – în primul caz, C – în al doilea caz, E – în ultimul caz). Este ca și cum materialul ar fi format numai din *miez* și dacă nu ar exista imperfecțiunile generate de debitarea probelor, probabil, răspunsurile ar depinde strict de natura matricei interne, de calitatea joncțiunilor polimerice (proprietățile elastice ale acestora) și, evident, de calitatea interfazei polimer-fibre. Chiar dacă rezultatele testelor sunt afectate de imperfecțiunile de debitare (cele cantitative) informațiile obținute în legătură cu comportamentul materialului sunt interesante.



Fig. 5.10. Curbele efort/deformare și imaginile epruvetelor testate (compresiune) - FM

În fig. 5.10. sunt prezentate evoluțiile și imaginile epruvetelor din materialele de tip FM la testele de compresiune. Materialele FM sunt materiale groase cu straturi exterioare omogene (țesătură din fibre de carbon) și, ar trebui să se comporte ca materialele AM și BM la care parte din efortul de compresiune este preluat și de straturile exterioare. În cazul materialelor FM se pot observa fracturi interne și delaminări interne locale produse de aceste fracturi. Ca și în cazul materialelor AM și BM se pot observa (pe suprafețele epruvetelor testate) zone de curbură ale straturilor exterioare fără însă a avea o extindere foarte mare (ca în cazul materialelor CM, de exemplu). Nu sunt vizibile delaminări între două tipuri de țesătură din armătură și nici unele care ar putea corespunde ruperii totale a unei joncțiuni dintre polimeri. Astfel, putem considera că la nivelul joncțiunilor, amestecul celor doi polimeri, conduce la apariția unui strat (cu grosime necunoscută) de-a lungul căruia se face tranziția de la proprietățile unui polimer la proprietățile celuilalt polimer. Grosimea joncțiunii este greu de determinat atâta timp cât nu există proprietăți direct observabile ale polimerilor (poate cu excepția culorii). Chiar și în cazul în care ar exista o tehnică bazată pe măsurarea culorii, în cazul rășinilor epoxidice ar fi dificil de stabilit grosimea unei joncțiuni.

În fig. 5.11. sunt redate curbele σ/ε medii ale materialelor armate și, cu excepția materialului BM (țesătură din fibre de carbon și fibre aramidice în straturile exterioare) se poate constata comportamentul grupat al materialelor cu straturi exterioare groase (indiferent de tipul de matrice) și comportamentul dispers al materialelor cu straturi exterioare subțiri. În cazul materialelor BM, din nou, putem explica acest comportament prin aceea că natura interfazei polimer-fibră depinde de tipul de fibre (fibre de carbon și fibre aramidice). O teacă mai groasă protejează mai bine (la compresiune axială) miezul materialului.



În fig. 5.12. sunt redate în mod grafic valorile modulelor de elasticitate la compresiune – așa după cum am arătat mai sus este vorba despre trei valori – calculat 1 care corespunde începutului testului și, teoretic, ruperii straturilor exterioare pe care încărcarea este înclinată (datorită deficiențelor de debitare), calculat 2 care corespunde răspunsului elastic de pe al doilea palier al curbei medii și automat care este valoarea dată de mașina de teste pentru tot testul.



Dacă joncțiunile ar fi realizate din polimeri din clase diferite, probabil că o determinare a grosimii joncțiunii ar avea o precizie mai mare. Pentru materialele formate și analizate în cadrul acestui studiu, este aproape imposibilă determinarea grosimii joncțiunii. Oricum este de așteptat ca în cazul materialelor polimerice cu joncțiuni aceste grosimi să fie mai mari decât cele din cazul materialelor armate. În acest din urmă caz joncțiunea se formează între cele două straturi adiacente de țesătură îmbibate cu prepolimer diferit și, datorită difuziei, poate afecta – eventual – cele două straturi de armătură.

Analiza valorilor modulelor de elasticitate la compresiune (cele trei valori), în funcție de tipul de matrice, este prezentată, în formă grafică, în fig. 5.13. Aparent și în limitele erorilor de măsurare, materialele care conțin joncțiuni polimerice rigid-rigid (CH) se comportă asemănător (matricele CHE și ECH) în timp ce, materialele cu două joncțiuni rigid-mai puțin rigid (HE și CE) au un comportament elastic superior (valori mai mari ale modulelor de elasticitate). În cazul materialelor cu straturi exterioare omogene groase putem vorbi chiar de o coincidență a valorilor modulelor de elasticitate (în limitele erorilor de măsură) indiferent de tipul de matrice (de tipul de joncțiuni).



#### 5.4. Concluzii parțiale – materiale armate – compresiune

- majoritatea materialelor dau un răspuns de tip *miez*, după aplatizarea marginilor rezultate în urma debitării;

- o rezistență mai mare, însoțită de o fragilitate mai mare, este constatată în cazul materialelor de tip AM care sunt realizate, cu excepția stratului median al armăturii, din țesături din fibre de sticlă;

- la materialele AM se pot observa delaminări interne datorate flambajului (sub efortul de compresiune) fibrelor orientate pe direcția încărcării;

- materialele armate care au țesături subțiri în straturile exterioare au, practic același tip de răspuns deoarece suprafața totală pe care se aplică încărcarea pe aceste straturi este mult mai mică decât suprafața transversală a *miezului*;

- în cazul materialelor EM (cu împâslire în straturile exterioare) se constată delaminări interne pentru toate tipurile de matrice dar aceste delaminări sunt uneori în joncțiuni iar alte ori la adiacența dintre două tipuri de țesături;

- modulele de elasticitate calculate pe prima zonă liniară a curbelor  $\sigma/\epsilon$  (calculat 1) au valori foarte mici comparativ cu modulele de elasticitate calculate pe a doua zonă liniară a acestor curbe (calculat 2), pentru toate materialele analizate iar acestea din urmă sunt mai mici decât valorile modulelor de elasticitate automate.

# **Capitolul 6**

### Analiza rezultatelor testelor de încovoiere în trei puncte

#### 6.1. Rășini epoxidice și materiale cu joncțiuni

Testele de încovoiere în trei puncte au fost realizate pe aceeași mașină de teste după înlocuirea bacurilor cu sistemul suport (în două puncte) – poanson. Au fost respectate setările de viteză de înaintare a poansonului – 5mm/min și testele au fost făcute până la ruperea epruvetelor. În mod evident primele materiale supuse încercărilor de încovoiere în trei puncte au fost cele trei rășini epoxidice utilizate, epruvetele fiind de formă cilindrică cu diametrul de 8mm și lungimea de 100mm. Rezultatele acestor teste sunt prezentate în fig. 6.1.





Cele mai mari valori ale deplasării poansonului se înregistrează pentru rășina C, în timp ce cele mai mici sunt înregistrate pentru rășina E. O observație trebuie făcută în legătură cu acest aspect și anume că rășinile C și H se rup (după cum se poate observa din curbele individuale) în timp ce, în cazul rășinii E, ruperea epruvetei nu se înregistrează deoarece testul este oprit în urma condițiilor setate pentru întreruperea acestuia.

Este interesant faptul că, în cazul curbelor medii valorile maxime ale încărcărilor sunt observabile pentru deplasări cuprinse între 4mm și 5mm, pentru toate cele trei rășini epoxidice. Mediile, pe de altă parte sunt mult mai aproape de comportamentul epruvetelor individuale pentru toate cele trei rășini, spre deosebire de rezultatele înregistrate pentru celelalte tipuri de teste.

În fig. 6.2. sunt redate curbele individuale încărcare/deplasare pentru materialele care conțin joncțiuni și curbele medii pentru cele trei tipuri de joncțiuni.



Testele de încovoiere în trei puncte au fost realizate prin plasarea poansonului pe zona joncțiunii, eforturile sunt legate direct de această zonă și nu au foarte mare legătură cu proprietățile elastice generale ale celor trei polimeri – în fig. 6.3. sunt imagini ale epruvetelor testate. Toate epruvetele (cu o excepție) sunt rupte în zona joncțiunii – am arătat în capitolul 3 modul în care au fost obținute epruvetele pentru testele de încovoiere – marcată cu o linie perpendiculară pe generatoarea cilindrului. Ceea ce se poate observa cu ușurință este faptul că marcajul centrului joncțiunii este de partea E a epruvetelor care conțin joncțiunile acestui polimer cu ceilalți doi (imaginea din stânga pentru CE și imaginea din dreapta pentru EH) adică epruvetele s-au rupt în partea cu polimerul mai rigid. În cazul joncțiunii CH ruperea se produce chiar în joncțiune. Aceste observații ar putea aduce o clarificare cu privire la grosimea joncțiunii (despre care am vorbit la testele de tracțiune) adică distanța pe care se întrepătrund proprietăți (al unui polimer) la alt set de proprietăți (al celui de-al doilea polimer) - această grosime aparentă a joncțiunii are o valoare cel mult egală cu diametrul poansonului. În cazul joncțiunii CH se poate spune că este nulă.



**Fig. 6.3.** Epruvetele testate la încovoiere în trei puncte (materiale care conțin joncțiuni – CE, CH, EH) Între parametrii pe care aplicația software a mașinii de teste îi poate evalua în mod automat se află și modulul de elasticitate la încovoiere deși nu am reușit să înțelegem modul în care acesta este evaluat (pentru probe cilindrice). De aceea, spre deosebire de cazurile testelor de tracțiune și de compresiune, în cazul testelor de încovoiere în trei puncte, prezentăm valorile automate ale modulelor de elasticitate la încovoiere pentru cei trei polimeri și pentru cele trei materiale care conțin cele trei tipuri de joncțiuni polimerice (fig. 6.4.).



Fig. 6.4. Modulul de elasticitate la încovoiere

Așa după cum se poate observa modulele de elasticitate la încovoiere ale rășinilor C și H sunt practic egale și cea mai mare valoare a modulului este în cazul rășinii E. Aceasta explică destul de bine faptul că joncțiunile CH se rup în zona joncțiunii în timp ce celelalte două se rup în zona polimerului mai rigid. Valoarea modulului de elasticitate la încovoiere al materialului care conține joncțiune CE este (în limitele erorilor de măsurare) mai mare decât valorile modulelor de elasticitate la încovoiere ale celor doi polimeri. Observația este valabilă și pentru materialele care conțin joncțiunea CH. Singura joncțiune pentru care valoarea modulului de elasticitate la încovoiere este cuprinsă între valorile modulelor de elasticitate la încovoiere ale celor doi polimeri este joncțiunea HE. Dar, aici erorile experimentale ar putea fi mai mari datorită contaminării pe care am descris-o anterior.

#### 6.2. Concluzii – materiale cu joncțiuni (încovoiere în trei puncte)

- toate epruvetele testate se rup – în cazul rășinilor rigide (C și H) ruperea se produce la deplasări ale poansonului cu prinse între 14mm și 18mm;

- în cazul epruvetelor realizate din rășina E setarea mașinii de teste (condițiile de întrerupere a testării) nu permite surprinderea momentului în care are loc fracturarea epruvetei;

- în cazul materialelor care conțin joncțiuni ruperea epruvetelor are loc, în toate cazurile (cu o singură excepție), în vecinătatea joncțiunii în partea polimerului mai rigid (joncțiunile CE și EH) sau chiar în joncțiune pentru joncțiunea dintre cele două rășini cu rigidități apropiate;

- modulele de elasticitate la încovoiere (determinate în mod automat de aplicația software a mașinii de teste) indică cea mai mare valoare pentru rășina E și valori sensibil egale (la încovoiere) pentru celelalte două rășini;

- încărcarea epruvetelor este făcută perpendicular pe axa epruvetei (înălțimea cilindrului) și în planul joncțiunii ceea ce înseamnă că straturile superioare ale acesteia sunt solicitate la compresiune (perpendicular pe planul joncțiunii) și cele inferioare sunt solicitate la tracțiune (perpendicular pe planul joncțiunii) adică exact în condițiile în care au fost testate epruvetele materialelor cu joncțiuni în cardul testelor de compresiune și, respectiv, tracțiune, prezentate în cele două capitole anterioare;

- deoarece poansonul se află în contact direct cu epruveta nu pot fi observate generările de fragmente de polimer care au fost observate la testele de compresiune unde distanța până la joncțiune era comparabilă cu grosimea epruvetei.

# 6.3. Materiale armate cu țesături și cu matrice stratificată (încovoiere în trei puncte)

Testele de încovoiere în trei puncte au fost realizate pe epruvete paralelipipedice cu lungimea de 100mm, lățimea de 15mm și grosimea egală cu grosimea materialului. Pentru fiecare material analizat, în parte, epruvetele au fost solicitate dinspre fața care are în matrice polimerul descris de primul caracter spre fața care are în matrice polimerul descris de ultimul

caracter (pentru un material XM\_HEC, încărcarea este aplicată dinspre fața H spre fața C). În aceste condiții, conform teoriei elasticității la încovoiere, fiecare dintre cei trei polimeri se găsește, pe rând, în stratul median al materialului care rămâne nedeformat.

Ca și în cazul analizei testelor de tracțiune, și în acest caz am ales epruveta marcată 4 (din toate seturile de epruvete testate) pentru realizarea unei analize vizuale (pe fotografii) a efectelor încovoierii până la rupere a materialelor.

Pentru materialele AM curbele încărcare/deplasare și fotografiile epruvetei 4 după testare sunt prezentate în fig. 6.5.



Fig. 6.5. Curbele încărcare/deplasare și analiza vizuală pentru materiale AM (încovoiere în trei puncte)

La o primă analiză se poate observa faptul că, în cazul materialelor care conțin joncțiunile rigid-rigid (CH), dispersia rezultatelor obținute este foarte mare. În ceea ce privește efectele încovoierii se poate observa că efectul în zona de contact dintre poanson și epruvetă este cel mai mic în cazul AM\_CHE (nu se constată delaminare – schimbarea culorii) ca în celelalte două cazuri. Pe fețele opuse feței pe care se realizează încărcarea ruperea straturilor are loc odată cu smulgerea fibrelor din matrice (materialele AM sunt materiale cu straturi exterioare omogene groase). Pentru materialele care conțin joncțiunea CH se poate observa fracturarea completă a epruvetei, în timp ce, pentru materialul care are rășina E în centru stratul median este fracturat dar nu se observă deplasări relative ale celor două fragmente rezultate în urma fracturării

Efectele încovoierii includ, ca în cazul anterior, fracturarea stratului median al armăturii dar, de această dată, fragmentele rezultate în urma fracturării nu se deplasează unul față de celălalt.

Atunci când rășinile rigide (C sau H) constituie matricea pentru straturile opuse straturilor pe care se aplică încărcarea, fracturarea straturilor externe însoțește fracturarea straturilor de fibre de sticlă din miez (așa cum se poate observa în cazurile (BM\_ECH și BM\_HEC).



Fig. 6.6. Curbele încărcare/deplasare și analiza vizuală pentru materiale BM (încovoiere în trei puncte)

Un alt efect care nu se observă în cazul materialelor de tip AM este acela al delaminării locale (vizibilă în fotografiile laterale ale epruvetelor) iar acest lucru poate fi o confirmare a diferențelor de calitate dintre interfaza polimer-fibre de carbon și interfaza polimer-fibre aramidice (așa după cum am amintit și în cazul rezultatelor testelor de tracțiune și compresiune). Straturile exterioare sunt imersate în același polimer (chiar dacă acesta diferă de la o față la cealaltă) deci, efectul delaminării nu poate fi asociat prezenței joncțiunilor polimerice.

Ca și în cele două cazuri analizate anterior (AM și BM), curbele încărcare/deplasare individuale sunt mai grupate în cazul prezenței rășinii E în mijlocul materialului. Pentru materialul CM\_CHE comportamentul epruvetelor 1 și 3 se poate datora unor defecte de formare.



#### Tamara APARECI (GÎRNEŢ)



Fig. 6.7. Curbele încărcare/deplasare și analiza vizuală pentru materiale CM (încovoiere în trei puncte)

Materialele DM sunt materiale care au țesături subțiri în straturile exterioare dar, spre deosebire de materialele CM, aceste țesături sunt țesături hibride asemănătoare celor utilizate în straturile exterioare ale materialelor BM. Datele experimentale individuale și fotografiile epruvetelor testate sunt redate în fig. 6.8.



Fig. 6.8. Curbele încărcare/deplasare și analiza vizuală pentru materiale DM (încovoiere în trei puncte)

Ceea ce este remarcabil pentru rezultatele testelor de încovoiere pentru materialele DM este faptul că testele individuale sunt grupate pentru toate variantele de matrice, așa după cum se poate observa în imaginile de mai sus. Mai mult, se poate observa cu mare ușurință faptul că zona liniară a curbei medii încărcare/deplasare pentru fiecare variantă de matrice a materialului DM trece prin punctul de coordonate (2mm, 300N) adică toate materialele au același răspuns elastic

După cum se poate observa, delaminarea apare în interiorul miezului (straturile din țesătură de fibre de sticlă se desprind de stratul median realizat din țesătură de fibre de carbon) și, din acest punct de vedere, singura explicație este legată de existența unui defect de formare (țesătura din fibre de carbon a avut zone în care pre-polimerul nu a pătruns – ținând cont de ordinea așezării în matriță a straturilor de armătură).



Fig. 6.10. Curbele încărcare/deplasare și analiza vizuală pentru materiale EM (încovoiere în trei puncte)

Materialele EM sunt speciale, după cum deja am precizat în cele două capitole anterioare, având la exterior straturi foarte subțiri realizate din împâsliri de fibre de carbon, fibre aramidice și fibre de sticlă. Neexistând o distribuție regulată a fibrelor este de așteptat (ca și în cazul testelor de tracțiune și al celor de compresiune) ca aceste straturi să contribuie foarte puțin la comportamentul elastic la încovoiere al materialelor – fig. 6.10.

Fracturile straturilor exterioare nu sunt orientate pe anumite direcții ci, mai degrabă, par a fi determinate de orientările fibrelor din miez. Sunt observabile smulgerile din matrice ale fibrelor de sticlă indiferent de natura matricei și, de asemenea, pentru fețele pe care se aplică încărcarea, efectele nu par dependente de natura matricei.

Materialele FM sunt, asemenea materialelor AM, materiale la care straturile exterioare de armare sunt groase și omogene. Rezultatele testelor de încovoiere în trei puncte, pentru aceste materiale sunt date în fig. 6.11.



Fig. 6.11. Curbele încărcare/deplasare și analiza vizuală pentru materiale FM (încovoiere în trei puncte)

Pentru aceste materiale este vizibilă dependența efectului prezenței unei anumite rășini în straturile de armătură pe care se aplică încărcarea – mai exact se poate vedea că pentru rășina E la exterior straturile de țesătură de fibră de carbon (de pe fața opusă feței pe care se face încărcarea – rășină C) straturile exterioare se fracturează fără a se separa astfel încât straturile interioare (țesătură din fibre de sticlă) nu se pot observa (FM\_CHE). Pentru rășina H la exterior (încărcarea aplicată pe straturile imersate în rășină E) fracturarea este netă și poate fi observată și fracturarea straturilor adiacente realizate din țesătură de fibre de sticlă (FM\_ECH). În ultimul caz (FM\_HEC) straturile aflate pe fața opusă aceleia pe care se aplică încărcarea se fracturează în mod diferit și este vizibilă și o delaminare puternică.

Analiza comparativă a curbelor medii încărcare/deplasare pentru fiecare tip de material este prezentată în fig. 6.12.





Fig. 6.12. Curbele medii încărcare/deplasare pentru materialele analizate (încovoiere în trei puncte)

În graficele de mai sus se pot observa pantele diferite ale zonelor liniare ale curbelor. Aceste pante diferite (răspunsuri elastice diferite) nu pot fi puse decât pe seama alternării polimerilor în matrice (nu și pe existența joncțiunilor polimerice în material). Toate materialele testate au aceeași armătură și ar trebui ca, după apariția primelor fracturi ale matricei, să aibă toate un comportament de tip armătură ceea ce, în mod evident, nu se poate observa în cele prezentate sub formă grafică. Mai există posibilitatea – menționată deja la analiza rezultatelor testelor de tracțiune și compresiune – ca, datorită momentului la care straturile de armătură au fost depuse în matriță – să existe diferențe între proprietățile (grosimile echivalente) ale straturilor de armătură determinate de diferențele de vâscozitate ale pre-polimerilor. Aceleași diferențe de vâscozitate pot conduce și la imposibilitatea pătrunderii pre-polimerului până în mijlocul fasciculului de fibre în țesăturile groase.

#### 6.4. Concluzii parțiale - materiale armate cu țesături și cu matrice stratificată

- testele de încovoiere în trei puncte au fost realizate pe epruvete standard cu aplicarea încărcării pe o singură față a materialelor și anume fața care are matricea realizată din primul polimer menționat în denumirea materialului XM CHE – încărcare dinspre fața C spre fața E;

- materialele AM (cu straturi exterioare realizate din țesătură de fibre de sticlă) sunt foarte sensibile la testele de încovoiere datorită rezistenței reduse la încovoiere a fibrelor de sticlă – în acest caz cel mai bun răspuns este al materialului AM\_HEC, care conține două joncțiuni polimerice rigid-mai puțin rigid;

- materialele DM și FM au comportamente aproape identice determinate de cauze diferite: pentru DM straturi exterioare subțiri din țesătură de fibre aramidice foarte rezistente la forfecare și încovoiere; pentru FM ale căror straturi exterioare sunt foarte groase, răspunsul este mediat de deplasarea reciprocă a fibrelor din interiorul fasciculelor țesute favorizată de absența polimerului, absență care împiedică fracturarea fibrelor;

 - ca și în cazul testelor de tracțiune sau compresiune, răspunsurile cele mai bune sunt cele ale materialelor care conțin rășina E în mijlocul matricei, adică ale materialelor care conțin două joncțiuni polimerice rigid-mai puțin rigid (CE și EH), spre deosebire de celelalte două tipuri de matrice care conțin o joncțiune polimerică rigid-rigid (CH) și o joncțiune polimerică rigid-mai puțin rigid (CE sau EH);

# **Capitolul 7**

### Analiza rezultatelor testelor fizice

#### 7.1. Proprietăți termomecanice

Pentru materialele analizate aici, cele două direcții perpendiculare pot fi reduse la una singură dată fiind simetria distribuției straturilor de țesături în armătură. Din nefericire, nu există posibilitatea investigării pe această direcție deoarece nu se pot debita felii (transversale pe planul de armare) suficient de înguste și cu fețe plan-paralele care să poată fi plasate în analizatorul termomecanic.

În reprezentarea de mai jos (fig. 7.3.) sunt redate valorile coeficientului de dilatare termică liniară pe direcție perpendiculară pe planul de armare, în funcție de tipul matricei materialului. Și este ușor de constatat că nu se pot găsi criterii de comparație care să conducă la decelarea unor concluzii valoroase (așa cum s-a întâmplat în cazul tuturor testelor mecanice).



Fig. 7.3. Valoarea coeficientului de dilatare termică liniară – tip de matrice

#### 7.2. Concluzii parțiale - teste termomecanice

- valorile coeficientului de dilatare liniară pe direcție perpendiculară pe planul de armare au fost determinate pe partea de încălzire a ciclului de analiză;

 valorile determinate ale coeficientului de dilatare liniară indică faptul că toate materialele sunt foarte stabile dimensional (în ceea ce privește grosimea) cele mai mari valori fiind de ordinul 230µm/m·K, în domeniul de temperatură analizat de la 30°C la 200°C (valoarea maximă a temperaturii recomandată pentru rășinile epoxidice);

- datorită faptului că fibrele aramidice prezintă contracție la încălzire materialele cele mai stabile termic sunt cele care în straturile exterioare conțin fibre de acest tip a căror contracție compensează dilatarea transversală a fibrelor de sticlă;

- chiar dacă teoretic, straturile exterioare groase includ mai mult polimer, nu se observă o dependență puternică a coeficientului de dilatare termică liniară de acest parametru;

#### 7.3. Proprietăți termice

În cadrul prezentului studiu am intenționat și verificarea legii amestecurilor pentru evaluarea căldurii specifice a materialelor formate, pe baza valorilor căldurilor specifice ale componentelor (rășini și țesături). Din păcate, extracția epruvetelor din materiale, pe care am încercat-o prin aceeași metodă prin care am obținut epruvetele pentru testele termomecanice nu a condus la rezultate favorabile. Datorită grosimii carotirei și a diametrului mic al probei (4mm) probele au fost delaminate (distruse).

În acest context am realizat numai determinări experimentale pentru determinarea valorilor căldurii specifice pentru componentele utilizate, adică rășini epoxidice și țesături. Chiar și așa aceste determinări au evidențiat câteva aspecte importante care până în acest moment nu au fost luate în considerare în interpretarea rezultatelor obținute prin alte analize.

Ciclul de analiză este proiectat cu o primă etapă izotermă (timp de 3min) pentru a asigura echilibrul termic în tot volumul probei analizate la temperatura de 25°C urmat de încălzirea efectivă cu o rată de 10°C/min de la 25°C la 125°C, menținerea (timp de 3min) la temperatura de 125°C și, în final, răcirea, tot cu o rată de 10°C/min de la 125°C la 25°C.



Tabelul 7 Pierderile de masă medii ale pro	obelor analizate DSC
--	----------------------

											-
Material	С	Е	Н	A61	S163	S280	C120	C160	CA68	CA30	CA188
∆m[%]	3.99	1.86	4.05	21.33	6.15	19.00	9.13	8.96	13.09	6.17	15.86

O privire aruncată reprezentărilor grafice din fig. 7.5. conduce imediat la concluzia că nu sunt decât două materiale pentru care valorile corectate ale căldurii specifice sunt mai mari decât cele obținute pe segmentul de încălzire a materialului – A61 și C120. Faptul că valorile căldurii specifice pe segmentele de încălzire sunt mai mari decât valorile calculate pe segmentele de răcire se datorează faptului că în timpul încălzirii, din creuzetul probei, ies toate substanțele volatile (vaporizarea acestora necesitând o cantitate mai mare de căldură decât cea necesară încălzirii materialului). La răcire, substanțele volatile eliberate nu mai revin în creuzet deci cantitatea de căldură este mai mică însă, calculul valorii căldurii specifice se realizează (automat) prin raportare la masa inițială a probei – ceea ce nu este adevărat.

#### 7.4. Concluzii parțiale – proprietăți termice

valorile medii ale căldurii specifice pe segmentul de încălzire al ciclului de măsurare sunt semnificativ mai mari decât cele determinate pe segmentele de răcire ale ciclurilor de măsurare;
aceste valori mai mari înseamnă, în fapt, valori mai mari ale cantităților de căldură și înseamnă că în sistemul de măsurat au loc unele procese (cel mai probabil vaporizări) care au drept consecință (măsurată) reducerea masei probei;

- analizele termice efectuate confirmă existența unor compuși organici folosiți de producătorii țesăturilor pentru stabilizarea filamentelor individuale (fibre) în fasciculele utilizate în țesături;

- cea mai mare pierdere de substanță se înregistrează pentru țesătura A61 (fibre aramidice) și, în același timp, aceeași țesătură are și cea mai mare valoare a căldurii specifice;

#### 7.5. Proprietăți electrice și electromagnetice

Metoda utilizată pentru analiza acestor proprietăți este prezentată în [205] și este o metodă de curent alternativ pentru trei valori diferite (fixe) ale frecvenței semnalului de măsurare. Măsurătorile sunt realizate cu ajutorul unui RLC-metru și al unei celule de măsurare materialul fiind plasat în sistemul de măsurare. Plăcile de material armate sunt așezate pe o masă conductoare (bronz) și deasupra se plasează doi electrozi (tot din bronz) coaxiali – un electrod activ (interior) și un electrod de gardă (exterior). Dacă măsurarea se realizează între electrodul activ și masa conductoare – rezultatele caracterizează proprietățile de volum ale materialelor, dacă măsurarea se realizează între electrodul activ și electrodul de gardă – rezultatele caracterizează proprietățile de suprafață ale materialului.

În fig. 7.6. sunt redate, în formă grafică, valorile conductivității electrice de volum a materialelor armate și se poate observa faptul că toate materialele care au fibre de carbon în straturile exterioare (BM, DM, FM) au valori ale conductivității cu trei-patru ordine de mărime mai mari decât celelalte materiale (AM, CM, EM). Deși și materialul EM are fibre de carbon, dar în împâslire se pare că valoarea conductivității electrice este influențată numai de distribuții geometrice regulate ale fibrelor de carbon.





Pentru materialele care nu au fibre de carbon în straturile exterioare nu există dependență a valorii conductivității electrice de secvența polimerilor în matrice. În acest caz semnalul de măsurare este aplicat pe fața care corespunde primei rășini din denumire. Micile variații care apar în cazul materialelor AM se pot datora grosimii stratului de rășină (celelalte două materiale au straturi subțiri la exterior).

În ceea ce privește valorile conductivității electrice de suprafață, trebuie spus că aceasta depinde numai de natura straturilor pe care se aplică semnalul de măsurare – adică depinde și

de tipul de fibre și de polimerul care asigură matricea acestor straturi exterioare (pentru toate materialele măsurarea se face pe suprafața care are ca matrice rășina corespunzătoare primei litere din a doua parte a denumirii materialului – fig. 7.7.



Fig. 7.7. Valorile conductivității electrice de suprafață pentru materialele armate

În cazul materialelor care conțin fibre de carbon distribuite geometric, se poate spune că nu există dependență a conductivității electrice de suprafață de frecvența semnalului de măsurare dar se poate observa cu ușurință că există o puternică dependență de natura rășinii deși această dependență nu este aceeași pentru toate cele trei tipuri de țesături. Oricum valorile conductivității electrice a acestor materiale (BM, DM, FM) sunt cu trei-patru ordine de mărime mai mari decât cele care corespund materialelor care nu au fibre de carbon geometric distribuite în straturile exterioare (AM, CM, EM).

#### 7.6. Concluzii parțiale - proprietăți electrice și electromagnetice

- au fost determinați doi parametri electrici – conductivitatea electrică de volum și conductivitatea electrică de suprafață și doi parametri electromagnetici – permitivitatea dielectrică de volum și permitivitatea electrică de suprafață;

- sistemul de măsurare este același pentru ambele seturi de parametri și se bazează pe utilizarea unui semnal alternativ cu frecvență pre-setată (în cazul RLC-metrului utilizat în laborator sunt disponibile trei frecvențe de măsurare – 0.1kHz, 1.0kHz și 10kHz);

- materialele care conțin fibre de carbon regulat distribuite în straturile exterioare prezintă valori ale conductivității electrice de volum și ale conductivității electrice de suprafață cu trei-patru ordine de mărime mai mari decât valorile corespunzătoare pentru materialele care nu conțin astfel de fibre în straturile exterioare, aceste valori nu depind de secvența polimerilor în matrice.

# **Capitolul 8**

# Contribuții personale, concluzii și viitoare direcții de cercetare

Tema aleasă este una aproape deloc cercetată și de aceea tot ceea ce am realizat reprezintă o noutate în domeniul formării și caracterizării materialelor compozite – într-o tradiție care se continuă la Centrul de Cercetare-Dezvoltare pentru Compozite cu Matrice Termorigide (CCDCOMT) de la Universitatea Dunărea de Jos din Galați.

- ipoteza de lucru pentru inițierea acestui studiu a fost aceea de a investiga posibilitatea utilizării unor polimeri diferiți pentru obținerea unor compozite armate;

- polimerii aleși sunt trei rășini epoxidice și interesul studiului a fost orientat către joncțiunea polimerică – zona unde (datorită difuziei) se realizează legăturile dintre cei doi polimeri;

• ar fi extrem de interesant un studiu în care joncțiunile să fie realizate între doi polimeri termorigizi cu precursori lichizi.

Formarea materialelor, pe care am realizat-o cu sprijinul echipei de îndrumare și al colegei mele Irina Țîcău, reprezintă o soluție nouă, chiar dacă nu este foarte comodă și implică o coordonare extraordinară. Am obținut joncțiuni polimerice în materiale de calitate (atât în ceea ce privește materialele polimerice, cât și în ceea ce privește materialele armate).

- testele de tracțiune efectuate pe polimeri cu joncțiuni au arătat că totdeauna în cazul joncțiunilor rigid-mai puțin rigid materialele cedează în zona polimerului mai rigid, în cazul joncțiunilor rigid-rigid materialele cedează în zona joncțiunii, ceea ce era de așteptat dacă ne gândim la proprietățile materialelor cu îmbinări sudate.

Modalitatea în care am gândit materialele armate (din punctul de vedere al armăturilor) reprezintă o cale de a extrage cât mai multe date semnificative cu consumuri reduse de materiale, dat fiind faptul că țesăturile utilizate pentru armare sunt foarte scumpe. Am hotărât ca toate materialele să aibă același miez și numai straturile exterioare să fie diferite. Pentru a evita problemele pe care le-a întâmpinat Radu Bosoancă în interpretarea rezultatelor am decis ca zonele joncțiunilor polimerice să se afle în interiorul miezului. Garanția faptului că am decis corect este faptul că din toate testele efectuate am identificat doar două cazuri de delaminare (unul la testele de compresiune și unul la testele de încovoiere).

- țesăturile utilizate în straturile exterioare au proprietăți diferite și au fost propuse pentru efectul pe care l-ar avea asupra proprietăților generale ale materialului respectiv;

- au fost astfel definite șase structuri de armare (AM, BM; CM, DM, EM, FM) fiecare dintre ele fiind utilizată pentru realizarea a trei materiale în care matricele sunt reprezentate de cele trei rășini epoxidice dar alternanța lor este descrisă de o permutare circulară;

- în acest mod fiecare dintre cele trei rășini epoxidice se regăsește în zona centrală a miezului iar joncțiunile cu ceilalți doi polimeri se regăsesc între straturile 5 și 6, respectiv, 10 și 11, deci tot în interiorul miezului.

Am identificat comportamente diferite, asimetrice, ale unor materiale armate – cele la care matricele mai rigide formează blocuri cu câte zece straturi de armătură, și simetrice ale materialelor la care polimerul mai puțin rigid se află în centrul materialului. Am identificat, de asemenea comportamente diferite ale materialelor care au în straturile externe țesături subțiri față de cele care la exterior au țesături groase. Ca și contribuție personală menționez și analiza fotografică a rezultatelor testelor efectuate, care a permis înțelegerea răspunsului fiecărui material în parte.

- efectele aplicării încărcării axiale depind de polimerii care se află la exteriorul materialului testat și cele mai bune răspunsuri sunt date de materialele cu două joncțiuni rigid-mai puțin

rigid, în celelalte două cazuri există o joncțiune rigid-rigid care determină modul în care se fracturează epruvetele;

- am realizat și o analiză fotografică a zonelor de fractură pentru a înțelege mai bine fenomenele care se petrec la ruperea materialelor;

- nu au fost înregistrate delaminări (cu excepția a doar două cazuri) ceea ce înseamnă, pe de o parte că modalitatea de formare aleasă permite obținerea unor materiale de calitate și, pe de altă parte, că joncțiunile polimerice rezistă;

• un studiu interesant ar fi legat de realizarea unor materiale asemănătoare dar cu doar doi polimeri în matrice pentru că, în acest caz ar fi vorba de două joncțiuni polimerice identice și răspunsurile ar putea fi diferite dacă polimerul mai rigid se află la exterior sau la interior;

• un alt studiu interesant, care ar completa aceste rezultate, ar fi acela al analizei microscopice a efectului prinderii în bacuri care, după cum am afirmat, în cazul polimerilor rigizi, poate conduce la amorse de fisură încă de la prinderea epruvetei în bacurile mașinii de testare.

Deși nu am folosit epruvete standardizate, am realizat teste de compresiune – cu analiză fotografică a rezultatelor – pentru a identifica modul în care materialul răspunde dat fiind faptul că țesăturile înglobate în polimer formează un material rigid care, în timpul testelor de compresiune cu efortul aplicat în planul de armare, se pot flamba conducând la delaminare. Nu am surpins asemnea fenomene, datorită faptului că fețele pe care a fost aplicat efortul ale epruvetelor nu au fost plan-paralele. Din acest punct de vedere am realizat numai un studiu calitativ care mi-a permis să înțeleg modul în care se comportă straturile exterioare de grosimi diferite fără ca distrugerea acestora să afecteze miezul materialelor.

• un studiu viitor ar trebui făcut pe epruvete standard pentru metoda Whyoming și, cu siguranță, ar fi interesantă înregistrarea video a tuturor testelor astfel încât evenimentele vizibile pe curbele  $\sigma/\epsilon$  să fie asociate unor fenomene ce au loc la nivelul epruvetei.

Am realizat o analiză încrucișată a rezultatelor testelor de încovoiere în trei puncte – în care am folosit datele obținute în urma testelor de tracțiune și compresiune pentru a înțelege și explica proprietățile materialelor. Și de această dată, analiza fotografică reprezintă un avantaj în ceea ce privește interpretarea rezultatelor obținute.

- rezultatele testelor de încovoiere în trei puncte depind de grosimea și natura straturilor exterioare de armătură și de natura polimerului care constituie matricea acestor straturi;

• un studiu interesant ce ar putea fi făcut în continuarea acestuia ar fi acela de a încărca epruvetele dinspre ambele fețe ale materialului;

• analiza materialelor cu matrice stratificată dar cu doar doi polimeri (două joncțiuni polimerice identice) ar fi, de asemenea un studiu care ar putea completa cu succes rezultatele acestuia.

În cazul testelor termice pentru determinarea valorii căldurii specifice am analizat cei trei polimeri și țesăturile utilizate pentru armare. Am evidențiat faptul că, în cazul țesăturilor, există pierderi semnificative de substanță (în timpul testării) ce pot fi asociate unor substanțe depuse pe suprafețele fibrelor fie pentru a păstra distribuția ordonată a acestora în țesătură, fie pentru asigurarea adeziunii rășinilor epoxidice. Am realizat corecția în determinarea cășdurii specifice prin luarea în considerare a pierderilor de masă măsurate.

În cazul testelor electromagnetice (efectuate pe materialele armate) am determinat valorile unor parametri semnificativi din punct de vedere electric – conductivitatea electrică (de volum și de suprafață), sau din punct de vedere electromagnetic – permitivitatea dielectrică (de volum și de suprafață). Valorile determinate ale acestora nu depind de secvența polimerilor în materialele analizate ci doar de natura fibrelor din țesăturile din care sunt constituite straturile exterioare. Ceea ce este semnificativ este faptul că unele materiale (cele care în straturile exterioare au fibre de carbon aliniate) valorile obținute indică posibilitatea utilizării acestora ca elemente de stocare a energie electrice (condensatori).

• un studiu mai amănunțit în acest sens ar trebui să urmărească o creștere a conductivității electrice a straturilor exterioare (câte unul de fiecare parte a materialului) și mărirea permitivității dielectrice a miezului;

# Bibliografie

[1] A. Madra, P. Breitkopf, B. Raghavan, și F. Trochu, "Diffuse manifold learning of the geometry of woven reinforcements in composites", *Comptes Rendus Mécanique*, vol. 346, nr. 7, pp. 532–538, iul. 2018, doi: 10.1016/j.crme.2018.04.008.

[2] L. Peponi, D. Puglia, L. Torre, L. Valentini, and J. M. Kenny, "Processing of nanostructured polymers and advanced polymeric based nanocomposites," Materials Science and Engineering: R: Reports, vol. 85, pp. 1–46, Nov. 2014, doi: 10.1016/j.mser.2014.08.002.
[126] A. Tabatabaeian şi A. R. Ghasemi, "Curvature changes and weight loss of polymeric nano-composite plates with consideration of the thermal cycle fatigue effects and different resin types: An experimental approach", *Mechanics of Materials*, vol. 131, pp. 69–77, apr. 2019, doi: 10.1016/j.mechmat.2019.01.017.

[129] B. Yang, S. Wang, și Y. Wang, "Effect of Nesting in Laminates on the Through-Thickness Permeability of Woven Fabrics", *Appl Compos Mater*, vol. 25, nr. 5, pp. 1237–1253, oct. 2018, doi: 10.1007/s10443-018-9699-8.

[134] V. Velmurugan, D. Dinesh Kumar, şi S. Thanikaikarasan, "Experimental evaluation of mechanical properties of natural fibre reinforced polymer composites", *Materials Today: Proceedings*, vol. 33, pp. 3383–3388, 2020, doi: 10.1016/j.matpr.2020.05.190.

[135] K. C. Warren, R. A. Lopez-Anido, și J. Goering, "Experimental investigation of threedimensional woven composites", *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 73, pp. 242–259, iun. 2015, doi: 10.1016/j.compositesa.2015.03.011.

[140] J. Misumi și T. Oyama, "Low viscosity and high toughness epoxy resin modified by in situ radical polymerization method for improving mechanical properties of carbon fiber reinforced plastics", *Polymer*, vol. 156, pp. 1–9, nov. 2018, doi: 10.1016/j.polymer.2018.09.050.

[141] M. Olave, I. Vara, H. Usabiaga, L. Aretxabaleta, S. V. Lomov, şi D. Vandepitte, "Mode I fatigue fracture toughness of woven laminates: Nesting effect", *Composite Structures*, vol. 133, pp. 226–234, dec. 2015, doi: 10.1016/j.compstruct.2015.07.073.

[142] M. D. Kiran, H. K. Govindaraju, B. R. L. Yadhav, B. Suresha, şi N. Keerthi Kumar, "Fracture toughness study of epoxy composites reinforced with carbon fibers with various thickness", *Materials Today: Proceedings*, p. S2214785321013584, mar. 2021, doi: 10.1016/j.matpr.2021.02.271.

[144] S. Tasnim, F. U. A. Shaikh, şi P. K. Sarker, "Mechanical properties and microstructure of lightweight polymer composites containing mono and hybrid fillers sourced from recycled solid wastes", *Construction and Building Materials*, vol. 277, p. 122369, mar. 2021, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2021.122369.

[145] S. M. Maharana, A. K. Pradhan, şi M. K. Pandit, "Moisture absorption behaviour of nanofiller reinforced jute-kevlar hybrid polymer composite", *Materials Today: Proceedings*, vol. 26, pp. 775–780, 2020, doi: 10.1016/j.matpr.2020.01.025.

[148] S. Dai, P. R. Cunningham, S. Marshall, și C. Silva, "Influence of fibre architecture on the tensile, compressive and flexural behaviour of 3D woven composites", *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 69, pp. 195–207, feb. 2015, doi: 10.1016/j.compositesa.2014.11.012.

[149] M. Karahan, S. V. Lomov, A. E. Bogdanovich, D. Mungalov, și I. Verpoest, "Internal geometry evaluation of non-crimp 3D orthogonal woven carbon fabric composite", *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 41, nr. 9, pp. 1301–1311, sep. 2010, doi: 10.1016/j.compositesa.2010.05.014.

[150] N. Blanco, D. Trias, S. T. Pinho, și P. Robinson, "Intralaminar fracture toughness characterisation of woven composite laminates. Part II: Experimental characterisation", *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 131, pp. 361–370, nov. 2014, doi: 10.1016/j.engfracmech.2014.08.011.

[151] N. Blanco, D. Trias, S. T. Pinho, și P. Robinson, "Intralaminar fracture toughness characterisation of woven composite laminates. Part I: Design and analysis of a compact tension (CT) specimen", *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 131, pp. 349–360, nov. 2014, doi: 10.1016/j.engfracmech.2014.08.012.

[152] M. Olave, I. Vara, H. Husabiaga, L. Aretxabaleta, S. V. Lomov, şi D. Vandepitte, "Nesting effect on the mode I fracture toughness of woven laminates", *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 74, pp. 166–173, iul. 2015, doi: 10.1016/j.compositesa.2015.03.017.

[155] I. A. Abu Bakar, O. Kramer, S. Bordas, și T. Rabczuk, "Optimization of elastic properties and weaving patterns of woven composites", *Composite Structures*, vol. 100, pp. 575–591, iun. 2013, doi: 10.1016/j.compstruct.2012.12.043.

[158] H. M. Y. C. Mallikarachchi, "Predicting mechanical properties of thin woven carbon fiber reinforced laminates", *Thin-Walled Structures*, vol. 135, pp. 297–305, feb. 2019, doi: 10.1016/j.tws.2018.11.016.

[160] S. Senthil Gavaskar și S. Madhu, "Torsional and compression properties of cylindrical glass fiber reinforced polymer composite", *Materials Today: Proceedings*, vol. 22, pp. 1149–1154, 2020, doi: 10.1016/j.matpr.2019.12.024.

[161] A. Wei, R. Al-Ameri, Y. C. Koay, şi M. Y. J. Tan, "Triple-functional carbon fibre reinforced polymer for strengthening and protecting reinforced concrete structures", *Composites Communications*, vol. 24, p. 100648, apr. 2021, doi: 10.1016/j.coco.2021.100648.

[177] J. Rouzegar și M. Gholami, "Creep and recovery of viscoelastic laminated composite plates", *Composite Structures*, vol. 181, pp. 256–272, dec. 2017, doi: 10.1016/j.compstruct.2017.08.094.

[178] W. H. Ong, N. Rajic, W. K. Chiu, și C. Rosalie, "Determination of the elastic properties of woven composite panels for Lamb wave studies", *Composite Structures*, vol. 141, pp. 24–31, mai 2016, doi: 10.1016/j.compstruct.2015.12.017.

[179] L. Wang, B. Zhao, J. Wu, C. Chen, şi K. Zhou, "Experimental and numerical investigation on mechanical behaviors of woven fabric composites under off-axial loading", *International Journal of Mechanical Sciences*, vol. 141, pp. 157–167, iun. 2018, doi: 10.1016/j.ijmecsci.2018.03.030.

[180] M. Bunea, A. Cîrciumaru, M. Buciumeanu, I. G. Bîrsan, şi F. S. Silva, "Low velocity impact response of fabric reinforced hybrid composites with stratified filled epoxy matrix", *Composites Science and Technology*, vol. 169, pp. 242–248, ian. 2019, doi: 10.1016/j.compscitech.2018.11.024.

[181] I. G. Birsan, V. Bria, M. Bunea, și A. Circiumaru, "An Experimental Investigation of Thermal Properties of Fabric Reinforced Epoxy Composites", *Mater. Plast.*, vol. 57, nr. 2, pp. 159–168, iul. 2019, doi: 10.37358/MP.20.2.5362.

[183] Radu Bosoancă, Vasile Bria, Claudiu Mereuță, Adrian Cîrciumaru, Iulian-Gabriel Bîrsan, "Tensile Analysis of Fabric Reinforced Materials". Materiale Plastice 56, no4, pp. 705-714., 2019.

[184] Marina Bunea, Radu Bosoanca, Adrian Cojan, Iulian Gabriel Bîrsan, "Thermomechanical and Electrical Properties of Fabric Reinforced Laminates with Filled Stratified Epoxy Matrix", *Materiale Plastice*, vol. 55, nr. 3, pp. 269–273, 2018.

[185] Mara Dimofte, Marina Bunea, Ana Căpăţînă, Adrian Cojan, Radu Bosoancă, Adrian Cîrciumaru, "Tensile and Bending Analysis of Fabric Reinforced Graded Epoxy Composites", *Materiale Plastice*, vol. 54, nr. 2, pp. 362–367, 2017.

[186] Vasile Bria., Adrian Cîrciumaru, IG. Bîrsan, "Some Properties of Starch/Epoxy Composites", *Materiale Plastice*, vol. 48, nr. 2, pp. 189–194, 2011.

[187] Marina Bunea, Radu Bosoancă, Cristian Eni, Nicoleta Cristache, Victorita Stefanescu, "The Impact Characteristics of Fabric Reinforced Hybrid Composites", *Materiale Plastice*, vol. 54, nr. 2, pp. 286–290, 2017.

[188] Marina Bunea, Ioan Bosoanca, Radu Bosoanca, Marius Bodor, Adrian Cîrciumaru, "Bending and Compressive Properties of Fabric Reinforced Composites", *Materiale Plastice*, vol. 52, nr. 3, pp. 368–372, 2015.

[189] Ana Căpățînă, Adrian Cojan, Vasile Bria, Adrian Cîrciumaru, IG. BÎRSAN, "Tensile Behaviour of Fabric Reinforced Plies", *Materiale Plastice*, vol. 56, nr. 4, pp. 891–900, 2019.

[190] Gabriel Andrei, Dumitru Dima, IG Bîrsan, Laurenția Andrei, Adrian Cîrciumaru, "Effect of Ferrite Particles on Mechanical Behaviour of Glass Fibers Reinforced Polymer Composite", *Materiale Plastice*, vol. 46, nr. 3, pp. 284–287, 2009.

[191] Victorita Stefanescu, Ana Boboc, Adrian Cojan, Radu Bosoanca, Cristian Muntenita, Marina Bunea, "The Thermal Behavior of Hybrid Fabric Reinforced Composites with Stratified Filled Epoxy Matrix", *Materiale Plastice*, vol. 55, nr. 2, pp. 161–166, 2018.

[192] Victorita Stefanescu, Marina Bunea, Adrian Cîrciumaru, "Impact Analysis of Fabric Reinforced Plates", *Materiale Plastice*, vol. 52, nr. 2, pp. 198–203, 2015.

[193] Victor Ungureanu, *Contribuții teoretice și experimentale la studiul proprietăților mecanice ale unor compozite polimerice (teză de doctorat)*. Universitatea "DUNĂREA DE JOS" din Galați, 2012.

[194] Laura Maftei, "Contribuții la studiul comportării tribologice a compozitelor cu poliamidă și microsfere de sticlă (teză de doctorat)", Universitatea "Dunărea de Jos" din Galați, 2010.

[195] Adrian Cîrciumaru, "Contribuții la studiul proprietăților electrice și mecanice ale compozitelor armate cu țesături și matrice din epoxi aditivat", Universitatea Dunărea de Jos din Galați, 2009.

[196] Vasile Bria, "Contribuții la Studiul Proprietăților Mecanice ale Materialelor Compozite armate cu Țesături și Matrice Epoxidică Aditivată cu Amidon (teza de doctorat)", Universitatea Dunărea de Jos din Galați, 2011.

[197] Marina Schițanu (Bunea), "CONTRIBUȚII LA STUDIUL SOLICITĂRILOR LA IMPACT ALE COMPOZITELOR CU MATRICE EPOXIDICĂ ARMATE CU ȚESĂTURI (teza de doctorat)", Universitatea Dunărea de Jos din Galați, 2015.

[198] Georgel Mihu, "Studiul proprietăților sistemelor epoxidice modificate cu solvenți organici (teza de doctorat)". Universitatea Dunărea de Jos din Galați, 2016.

[199] Iulia GRAUR, "Studiul proprietăților mecanice ale materialelor epoxidice aditivate cu substanțe ionice prin strategii de dispersie bazate pe utilizarea ultrasunetelor (teza de doctorat)", Universitatea Dunărea de Jos din Galați, 2015.

[200] Ana Boboc (Căpăţînă), "Contribuţii la studiul proprietăţilor materialelor compozite armate cu țesături și a efectului solicitărilor ciclice asupra acestor proprietăţi (teza de doctorat)", Universitatea Dunărea de Jos din Galaţi, 2019.

[201] C. E. Estridge, "The effects of competitive primary and secondary amine reactivity on the structural evolution and properties of an epoxy thermoset resin during cure: A molecular dynamics study," Polymer, vol. 141, pp. 12–20, Apr. 2018, doi: 10.1016/j.polymer.2018.02.062. [202] https://www.r-g.de/en/art/120305

[203] https://www.r-g.de/en/art/105100

[204] Radu Bosoancă, Vasile Bria, Claudiu Mereuță, Adrian Cîrciumaru, Iulian-Gabriel Bîrsan, "Tensile Analysis of Fabric Reinforced Materials." 2019, [Online]. Available:

http:///www.revmaterialeplastice.ro.

[205] Cîrciumaru, A., Caracterizarea și testarea materialelor compozite cu matrice polimerice (ghid pentru lucrări practice), Europlus, Galați, 2013, ISNB 978-606-628-058-7

# Anexe

# Lista figurilor

Fig.	<b>3.3.</b> Țesăturile utilizate pentru miezul materialelor compozite	16
Fig.	<b>3.4.</b> Jesătura S163	18
Fig.	<b>3.6.</b> Τεςătura Δ61	19 10
Fia.	<b>3.7</b> . Tesătura CA68	19
Fig.	<b>3.8.</b> Tesătura CA30	19
Fig.	<b>3.9.</b> Ţesătura C120	19
Fig.	3.14. Material din care au fost extrase epruvete pentru studiul TMA	18
Fig.	3.15. Bacuri utilizate pentru testele mecanice	19
Fig.	<b>3.16.</b> Calorimetrul cu scanare diferențială DSC 1 <i>Mettler-Toledo</i>	20
Fig.	<b>3.17.</b> Analizator termomecanic TMA/SDTA 840, <i>Mettier Toledo</i>	20 1T21
Fia.	<b>4.1.</b> Curbele $\sigma/\epsilon$ pentru cele trei răsini epoxidice	23
Fig.	<b>4.2.</b> Curbele $\sigma/\epsilon$ pentru materialele cu jonctiuni	24
Fig.	4.3. Modulele de elasticitate la tracțiune și curbe medii ale materialelor cu joncțiuni	24
Fig. defi	<b>4.4.</b> Curbele $\sigma/\epsilon$ și epruvetele testate pentru materialele AMError! Bookmark ned.6	not
Fig.	<b>4.5.</b> Analiza fotografică AM_CHE	26
Fig.	<b>4.6.</b> Analiza fotografică AM_ECH	26
Fig.	<b>4.7.</b> Analiza fotografică AM_HEC	26
Fig.	<b>4.8.</b> Curbe medii $\sigma/\epsilon$ materiale AM	26
Fig.	<b>4.9.</b> Curbele $\sigma/\epsilon$ și epruvetele testate pentru materialele BM	27
Fig.	4.10. Analiza fotografică BM_CHE	27
Fig.	4.11. Analiza fotografică BM_ECH	27
Fig.	<b>4.12.</b> Analiza fotografică BM_HEC	28
Fig.	<b>4.13.</b> Curbe medii $\sigma/\epsilon$ materiale BM	28
Fig.	<b>4.14.</b> Curbele $\sigma/\epsilon$ și epruvetele testate pentru materialele CM	28
Fig.	4.15. Analiza fotografică CM_CHE	29
Fig.	4.16. Analiza fotografică CM_ECH	29
Fig.	4.17. Analiza fotografică CM_HEC	29
Fig.	<b>4.18.</b> Curbe medii $\sigma/\epsilon$ materiale CM	29
Fig.	<b>4.19.</b> Curbele $\sigma/\epsilon$ și epruvetele testate pentru materialele DM	30
Fig.	<b>4.20.</b> Analiza fotografică DM_CHE	30
Fig.	<b>4.21.</b> Analiza fotografică DM_ECH	30
Fig.	<b>4.22.</b> Analiza fotografică DM_HEC	30
Fig.	<b>4.23.</b> Curbe medii σ/ε materiale DM	30
Fig.	<b>4.24.</b> Curbele $\sigma/\epsilon$ și epruvetele testate pentru materialele EM	31
Fig.	<b>4.25.</b> Analiza fotografică EM_CHE	31

Fig. 4.26. Analiza fotografică EM_ECH	31
Fig. 4.27. Analiza fotografică EM_HEC	31
Fig. 4.28. Curbe medii $\sigma/\epsilon$ materiale EM	32
Fig. 4.29. Curbele $\sigma/\epsilon$ și epruvetele testate pentru materialele FM	32
Fig. 4.34. Modulele de elasticitate la tracțiune ale materialelor – analiză pe clase	33
Fig. 4.35. Modulele de elasticitate la tracțiune ale materialelor – analiză pe matrice	33
Fig. 5.1. Curbele efort/deformare pentru rășinile studiate și imaginile epruvetelor te (compresiune)	state 35
Fig. 5.2. Curbele medii efort deformare pentru cele trei rășini studiate (compresiune)	36
Fig. 5.3. Curbele $\sigma/\epsilon$ pentru materialele cu joncțiuni și epruvetele înainte și după te (compresiune)	stare 37
<b>Fig. 5.4.</b> Modulele de elasticitate și curbele $\sigma/\epsilon$ medii ale materialelor care conțin jone (compresiune)	cțiuni 37
Fig. 5.5. Curbele efort/deformare și imaginile epruvetelor testate (compresiune) – AM	39
Fig. 5.6. Curbele efort/deformare și imaginile epruvetelor testate (compresiune) – BM	40
Fig. 5.7. Curbele efort/deformare și imaginile epruvetelor testate (compresiune) – CM	40
Fig. 5.8. Curbele efort/deformare și imaginile epruvetelor testate (compresiune) – DM	41
Fig. 5.9. Curbele efort/deformare și imaginile epruvetelor testate (compresiune) – EM	42
Fig. 5.10. Curbele efort/deformare și imaginile epruvetelor testate (compresiune) – FM	43
Fig. 5.11. Curbele medii efort/deformare ale materialelor armate (compresiune)	44
Fig. 5.12. Modulele de elasticitate la compresiune ale materialelor – analiză pe clase	44
Fig. 5.13. Curbe medii efort deformare pentru materialele armate (compresiune)	45
Fig. 6.1. Curbele încărcare/deplasare pentru cele trei rășini studiate (încovoiere)	48
Fig. 6.2. Curbele încărcare/deplasare pentru materialele cu joncțiuni (încovoiere în trei puncte	e) 49
<b>Fig. 6.3.</b> Epruvetele testate la încovoiere în trei puncte (materiale care conțin joncțiuni – CE EH).	, CH, 49
Fig. 6.4. Modulul de elasticitate la încovoiere	50
<b>Fig. 6.5.</b> Curbele încărcare/deplasare și analiza vizuală pentru materiale AM (încovoiere în puncte)	n trei 51
<b>Fig. 6.6.</b> Curbele încărcare/deplasare și analiza vizuală pentru materiale BM (încovoiere în puncte)	n trei 52
Fig. 6.7. Curbele încărcare/deplasare și analiza vizuală pentru materiale CM (încovoiere în puncte)	n trei 53
Fig. 6.8. Curbele încărcare/deplasare și analiza vizuală pentru materiale DM (încovoiere în puncte)	n trei 53
Fig. 6.10. Curbele încărcare/deplasare și analiza vizuală pentru materiale EM (încovoiere î puncte)	n trei 54
Fig. 6.11. Curbele încărcare/deplasare și analiza vizuală pentru materiale FM (încovoiere î puncte)	n trei 55
Fig. 6.12. Curbele medii încărcare/deplasare pentru materialele analizate (încovoiere îr puncte)	n trei 56
Fig. 7.3. Valoarea coeficientului de dilatare termică liniară – tip de matrice	57

Tamara APARECI (GÎRNEŢ)

Fig.	7.5.	Valorile căldurii specifice pentru rășini și țesături	58
Fig.	7.6.	Valorile conductivității electrice de volum pentru materialele armate	59
Fig.	7.7.	Valorile conductivității electrice de suprafață pentru materialele armate	60

## Lista tabelelor

Tabelul 2. Structura armăturii materialelor AM	16
Tabelul 3. Structura armăturii materialelor BM	17
Tabelul 4. Structura armăturii materialelor CM	17
Tabelul 5. Structura armăturii materialelor DM	17
Tabelul 6. Structura armăturii materialelor EM	17
Tabelul 7. Structura armăturii materialelor FM	17
Tabelul 14 Pierderile de masă medii ale probelor analizate DSC	57