

Resistenza a frattura interlaminare di un composito polieterimmide/fibra di carbonio in relazione alla viscoelasticità della matrice

R. Frassine, P. Rossi, A. Pavan

Dipartimento di Chimica Industriale e Ingegneria Chimica
Politecnico di Milano
Piazza L. da Vinci 32 - 20133 Milano

Sommario

La conoscenza delle caratteristiche di resistenza di compositi laminati alla propagazione di cricche sul piano interlaminare è di particolare interesse per le applicazioni strutturali: la resistenza di manufatti sottoposti a sollecitazioni di compressione che agiscono nel piano di laminazione, ad esempio, è determinata in primo luogo dalla capacità del materiale di resistere alla propagazione di delaminazioni (difetti quasi sempre presenti in un composito). Questo lavoro presenta alcuni risultati sperimentali che evidenziano il ruolo svolto dalla matrice polieterimmidica nel determinare la resistenza a frattura interlaminare in Modo I di un composito a fibre di carbonio unidirezionali al variare della velocità di sollecitazione e della temperatura di prova. I risultati ottenuti, a confronto con dati di letteratura, mostrano che la tenacità del composito è sempre inferiore a quella della matrice, e che tempo e temperatura influenzano sia i valori di tenacità che le modalità di propagazione della frattura.

1. Introduzione

La conoscenza delle caratteristiche di resistenza di compositi laminati alla propagazione di cricche su piani interlaminari è di particolare interesse per le applicazioni strutturali: la resistenza di manufatti a sollecitazioni di compressione agenti nel piano di laminazione, ad esempio, è determinata in primo luogo dalla capacità del laminato di resistere alla propagazione di difetti (delaminazioni) quasi sempre inevitabilmente presenti in un composito, quando questi siano sottoposti a sollecitazione di apertura [1]. Tale resistenza alla frattura interlaminare del composito è legata essenzialmente alla tenacità della resina che costituisce la matrice, che a sua volta dipende dal tempo e dalla temperatura di prova a causa della natura viscoelastica del materiale.

Questo lavoro presenta alcuni risultati sperimentali ottenuti a diverse velocità di sollecitazione e diverse temperature, che evidenziano il ruolo svolto dalla matrice polieterimmidica nel determinare la resistenza a frattura interlaminare in Modo I di un composito a fibre di carbonio unidirezionali.

2. Dettagli sperimentali

- Materiali: il materiale polimerico esaminato è una resina termoplastica polietereimmidica prodotta da General Electric (Ultem 1000) che, mescolata con diverse percentuali di fibra corta di vetro, viene generalmente utilizzata per lo stampaggio ad iniezione di manufatti per impieghi strutturali. Il materiale composito esaminato è invece prodotto da TenCate in forma di nastro (CD 5534-8463-15000 A84-3K-PEI), ottenuto impregnando fibre di carbonio continue e unidirezionali nella stessa matrice di Ultem 1000. Il nastro è stato laminato sovrapponendo 16 strati equiorientati, in modo da ottenere un composito laminato unidirezionale di 3 mm di spessore. Entrambi i materiali sono stati stampati a compressione, ma seguendo cicli termici diversi: in particolare, la temperatura massima di stampaggio per la resina è stata mantenuta a 400 °C per 60 min, mentre quella per il composito è stata mantenuta a 310°C per 30 min.

- Prove di frattura: la resistenza a frattura in Modo I della resina polietereimmidica è stata determinata effettuando prove di Doppia Torsione (DT) [2], mentre la resistenza a frattura interlaminare in Modo I del materiale composito è stata determinata da prove Double Cantilever Beam (DCB) secondo la proposta di norma ESIS per le prove di frattura interlaminare sui materiali compositi [3]. I provini sono stati ricavati dalle lastre stampate a compressione mediante taglio meccanico con fresa circolare; i provini DT avevano dimensioni di 150x60x6 mm, mentre quelli DCB dimensioni di 200x20x3 mm. L'intaglio iniziale, nel caso del provino DT, è stato ricavato mediante due operazioni successive: per asportazione meccanica di materiale si è ricavato dapprima un intaglio a fondo acuto di circa 20 mm di lunghezza; a partire da tale intaglio si è poi operata una precricca, sollecitando il provino in doppia torsione a bassa velocità di deformazione (1 mm/min) a temperatura ambiente. Per il provino DCB, l'intaglio iniziale è stato invece ottenuto interponendo un film di materiale non aderente dello spessore di 15 µm tra due lamine adiacenti sul piano mediano del laminato prima dello stampaggio, come suggerito dalla stessa proposta di norma ESIS.

Tutte le prove sono state condotte a temperatura e velocità di deformazione costante, con un dinamometro Instron 1185. La temperatura di prova è stata variata tra 23 e 170°C (temperatura limite per l'impiego continuativo della resina polietereimmidica), mentre la velocità di deformazione è stata variata tra 0,1 e 100 mm/min.

La velocità di propagazione della frattura si è mantenuta costante nel tempo per entrambe le geometrie di prova. Per la prova DT, il suo valore è stato calcolato in funzione della geometria del provino e delle condizioni di sollecitazione utilizzando la formula teorica disponibile [2]; per la prova DCB si è invece effettuata la sua determinazione diretta mediante videoregistrazione del movimento del fronte della cricca sulla superficie esterna del provino.

3. Risultati e discussione

Come già osservato, per ogni condizione di temperatura e di sollecitazione applicata, entrambe le geometrie di prova hanno dato luogo a propagazione stabile della frattura, con velocità costante durante ciascuna prova. In base al principio di equivalenza tempo-temperatura derivato dalla teoria della viscoelasticità dei polimeri [4], i valori di tenacità ottenuti in condizioni isoterme a diverse velocità di sollecitazione sono stati ricondotti alla stessa temperatura di riferimento (23°C). I risultati ottenuti sulla resina polieterimmidica sono riportati in Fig. 1, a confronto con dati disponibili in letteratura [5] per un polimero affine, il polietereterchetone (PEEK). Dall'esame della figura si rileva che la resina polieterimmidica presenta valori di tenacità relativamente costanti per variazioni di temperatura (da 23 a 170°C) e di velocità di propagazione della frattura (da 10^{-2} a 10^{-11} m/s) assai ampie. Il PEEK, al contrario, presenta una variazione della sua tenacità più ampia di un ordine di grandezza (da 10 a 0,5 kJ/m²), con pendenza negativa assai più accentuata, per una variazione assai più modesta di velocità di propagazione della frattura (da 1 a 10^{-2} m/s). Il ramo di curva a pendenza negativa lascia inoltre prevedere che la propagazione della frattura possa avvenire con modalità instabile, dando luogo a velocità di propagazione assai elevate anche in condizioni di sollecitazione quasi-statiche (fenomeno dello slip-stick) [6].

In Fig. 2 è riportato un confronto tra i valori di tenacità ottenuti sulla matrice e sul composito a fibre unidirezionali, da cui risulta che la tenacità del composito, pur mantenendosi sempre inferiore a quella della matrice, aumenta monotonicamente all'aumentare della velocità di propagazione della frattura, dando luogo perciò a condizioni sempre favorevoli per la propagazione stabile della frattura. Al contrario, il composito a matrice di PEEK (Fig. 3) mantiene, pur con valori di tenacità inferiore, lo stesso andamento osservato per la matrice tal quale.

In Fig. 4, infine, sono riportati i valori di tenacità del composito al variare della tenacità della matrice di PEI, ottenuti nel corso della presente ricerca, a confronto con dati di letteratura per materiali diversi [5-7]. Si osserva che, per matrici a comportamento fragile (bassi valori di tenacità), la tenacità del composito varia in proporzione diretta con la tenacità della matrice. Per matrici a comportamento duttile, invece, (porzione a destra nel diagramma) la tenacità del composito aumenta meno che proporzionalmente alla tenacità della matrice, tendendo asintoticamente ad un valore limite allorchè la tenacità della matrice supera 1 kJ/m². Questo comportamento è stato previsto da Bradley [7] in base a considerazioni micromeccaniche sullo sviluppo della zona di processo all'apice di una cricca interlaminare in un materiale composito. Va sottolineato perciò come incrementi di tenacità della matrice oltre il limite indicato (caso del PEEK) non apportino apprezzabili benefici al materiale composito in termini di resistenza alla propagazione della frattura sul piano interlaminare. Pertanto, più che il valore assoluto della tenacità, le modalità di propagazione dei difetti possono diventare discriminanti nella scelta di un materiale composito per una specifica applicazione.

4. Bibliografia

- [1] W.L. Bradley, Proc. Benibana Int'l Symposium on "How to Improve the Toughness of Polymers and Composites?", Jamagata (Japan), 1990.
- [2] R. Frassine, T. Riccò, M. Rink and A. Pavan, J. Mater. Sci., 1988, **23**, 4027.
- [3] ESIS Technical Committee 4: Polymers and Composites: "Interlaminar Fracture Testing of Composites" (draft protocol, April 1990).
- [4] W.G. Knauss in Proc. ICF 7 (vol.4), K. Salama et al. Eds, 1989.
- [5] K. Friedrich, R. Walter, L.A. Carlsson, A.J. Smiley and J.W. Gillespie, J. Mater. Sci., 1989, **24**, 3387.
- [6] J.G. Williams, "Fracture Mechanics of Polymers", Ellis Horwood Ltd, 1984.
- [7] W.L. Bradley in "Application of Fracture Mechanics to Composite Materials", K. Friedrich Ed., Elsevier Publ., 1989.

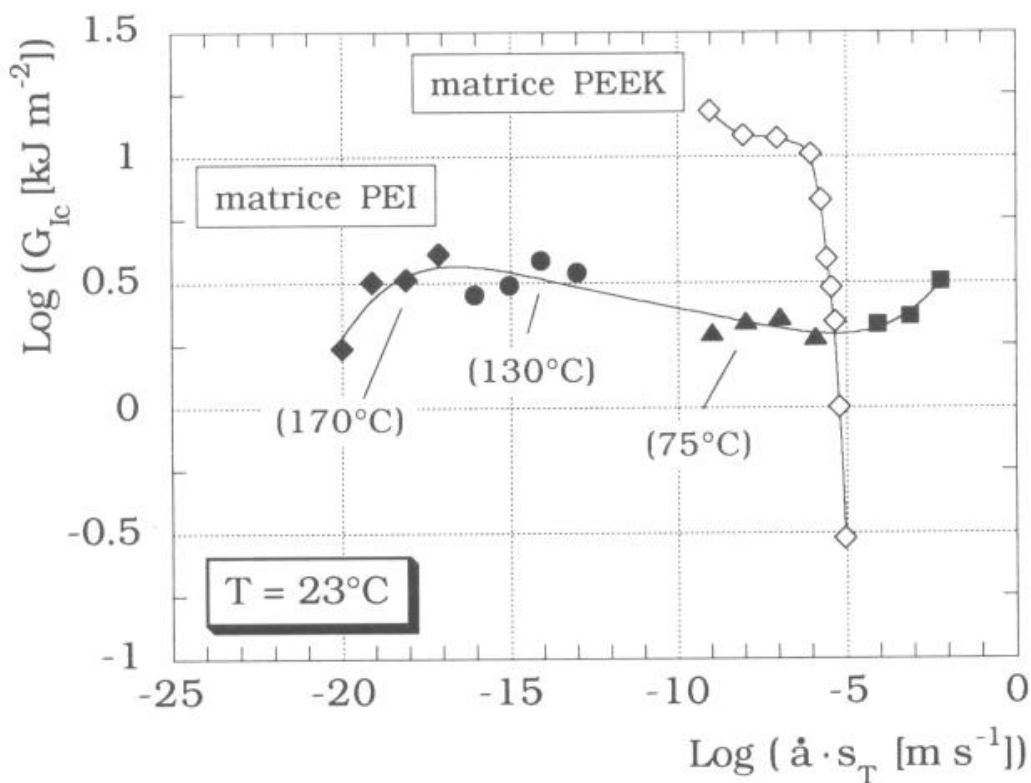


Fig. 1 : Effetto della velocità di propagazione della frattura e della temperatura sulla tenacità di polimeri termoplastici (temperatura di riferimento= 23°C ; s_T =fattore di spostamento per tale temperatura).

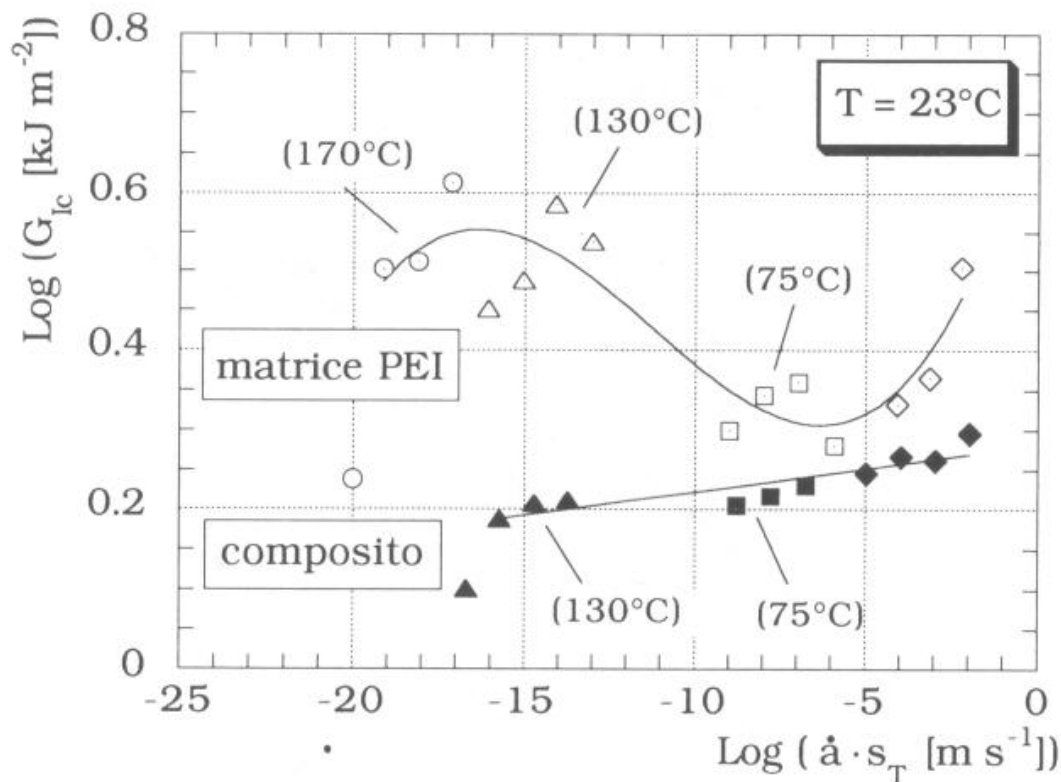


Fig. 2: Confronto tra la tenacità della matrice e la tenacità di un composito unidirezionale fibra di carbonio/PEI al variare della temperatura e della velocità di propagazione della frattura (temperatura di riferimento= 23°C ; s_T =fattore di spostamento per tale temperatura).

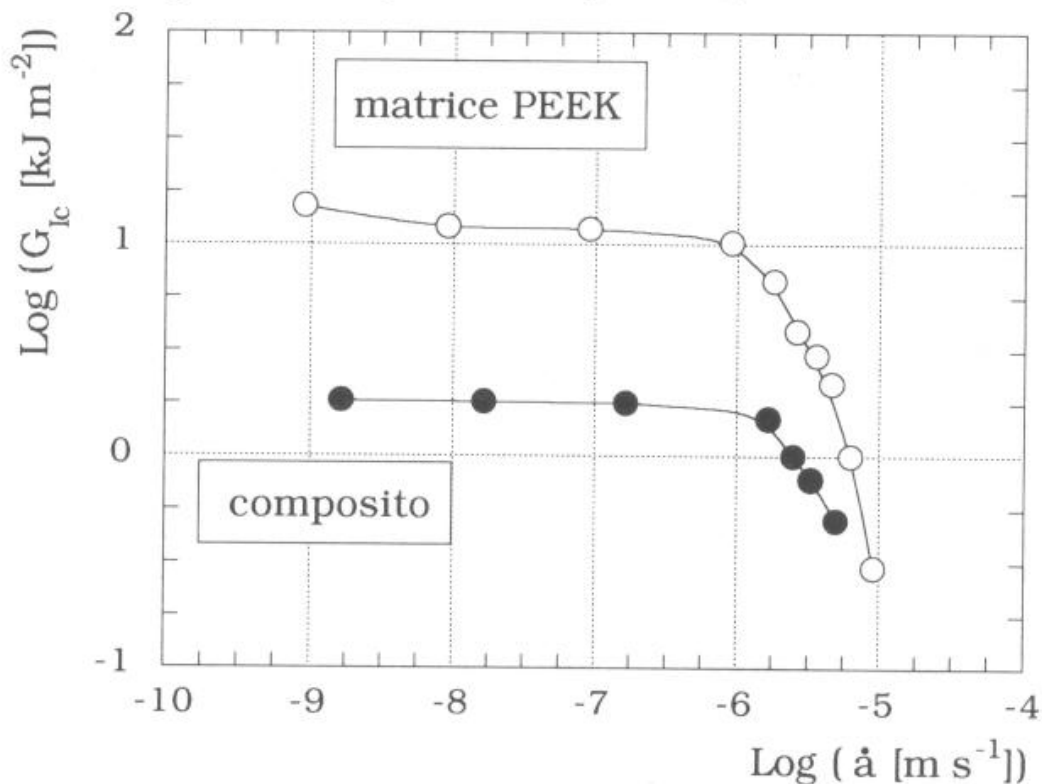


Fig. 3: Confronto tra la tenacità della matrice e la tenacità di un composito unidirezionale fibra di carbonio/PEEK al variare della velocità di propagazione della frattura [5] (temperatura= 23°C).

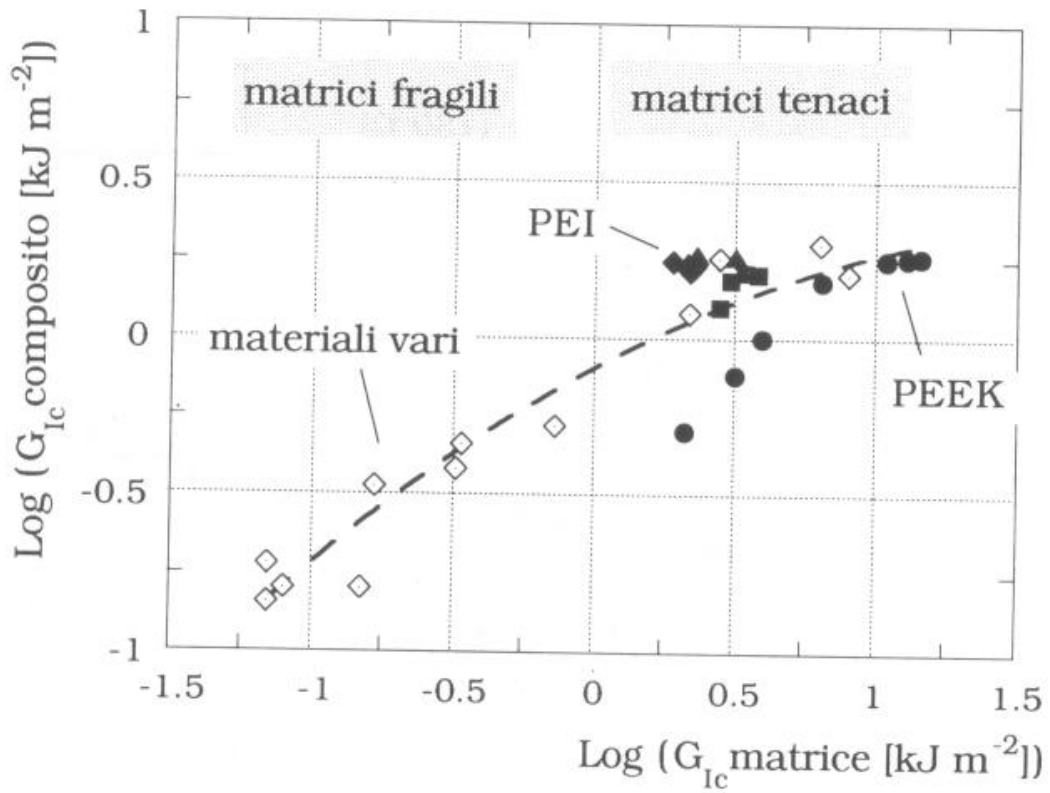


Fig. 4: Correlazione tra la tenacità di matrici diverse (termoplastiche e termoindurenti) e la resistenza a frattura interlaminare di compositi corrispondenti (dati vari [5,7]).