

**ALMA MATER STUDIORUM  
UNIVERSITÀ DI BOLOGNA**

SCUOLA DI INGEGNERIA E ARCHITETTURA  
- Sede di Forlì -

CORSO DI LAUREA  
IN INGEGNERIA MECCANICA  
Classe: L-9

ELABORATO FINALE DI LAUREA

In Tecnica delle Costruzioni Meccaniche

**STUDIO DEL COMPORTAMENTO MECCANICO  
DI COMPOSITI OTTENUTI PER SMC**

CANDIDATO  
Ruggero Maria Vittori

RELATORE  
Prof. Ing. Giangiacomo Minak

CORRELATORE  
Ing. Navid Zarif Karimi

Anno Accademico 2014-2015  
Sessione: III

# ABSTRACT

I materiali compositi più diffusi sono quelli a matrice polimerica (PMC, *Polymer Matrix Composites*) con fibre di rinforzo, largamente utilizzati per la loro capacità di conciliare ottima resistenza meccanica con elevata leggerezza.

Nel presente elaborato di tesi sono state studiate le caratteristiche meccaniche di materiali compositi a matrice resinosa, epossidica, rinforzati con fibre di carbonio *chopped*, ovvero fibre spezzate e disposte in modo del tutto casuale all'interno della matrice, mediante analisi microstrutturale e prove di trazione.

Nei capitoli è descritto il processo di produzione delle piastre di materiale composito ottenuto per SMC (*Sheet Moulding Compound*) da cui sono stati ricavati i provini. Lo studio a livello microstrutturale è stato possibile grazie all'inglobamento nella resina di alcune sezioni dei provini, le cui superfici sono state esaminate al microscopio acquisendo una quantità di immagini tale da permettere la ricostruzione della superficie stessa tramite software ed il calcolo percentuale delle porosità tramite SolidWorks.

La caratterizzazione meccanica è stata eseguita utilizzando la macchina per le prove di trazione presente a Forlì nell'hangar dell'Università di Bologna: la preparazione dei provini è basata sull'applicazione di tabs di alluminio.

I provini in materiale composito sono stati forniti in quattro differenti tipologie riguardanti la pressione a cui sono stati prodotti: 25, 50, 100 e 150 bar.

Lo scopo dell'elaborato è stabilire la pressione ottimale di produzione dei provini, a cui il materiale composito mostra le migliori proprietà meccaniche, in particolare la più alta resistenza a carico di trazione.

Le prove sono state condotte su provini a tre diverse lunghezze, per diversificare le modalità di stress meccanico.

I risultati sono stati poi analizzati per giungere ad una conclusione e stabilire quale valore di pressione di processo conferisce le migliori caratteristiche meccaniche al materiale.

# INDICE

<b>Introduzione</b>	<b>4</b>
<b>1. Definizione, classificazione e principali metodi di produzione dei materiali compositi</b>	<b>5</b>
1.1 Struttura e caratteristiche.....	5
1.2 Materiali compositi a fibre.....	9
1.3 Le fibre di carbonio.....	11
1.4 Le matrici: resine termoindurenti.....	15
1.5 Processi di produzione per compositi a matrice in resina termoindurente.....	17
<b>2. Analisi e caratterizzazione meccanica dei provini ottenuti per SMC</b>	<b>22</b>
2.1 Descrizione dei provini.....	22
2.2 Analisi microstrutturale.....	28
2.2.1 Inglobamento dei provini.....	29
2.2.2 Lucidatura dei provini inglobati.....	32
2.2.3 Analisi al microscopio.....	33
2.2.4 Calcolo della percentuale di vuoti nei provini.....	35
2.3 Prove di trazione.....	36
2.3.1 Descrizione della macchina .....	37
2.3.2 Normativa ASTM D 3039/D 3039M.....	38
2.3.3 Estensimetri.....	39
2.3.4 Preparazione dei provini.....	41
2.3.5 Conduzione della prova.....	45
2.3.6 Digital Image Correlation.....	47
<b>3. Risultati</b>	<b>51</b>
3.1 Provini di lunghezza massima.....	53
3.2 Provini di lunghezza media.....	56
3.3 Provini corti.....	58
3.4 Confronto.....	59
<b>4. Conclusione</b>	<b>61</b>
<b>5. Bibliografia</b>	<b>63</b>

# INTRODUZIONE

In ambito ingegneristico un materiale composito deve avere determinate caratteristiche ed ottime qualità riguardanti resistenza, leggerezza, tenacità e, ultima ma non meno importante, una certa economicità di processo per quanto riguarda la produzione.

Questi requisiti sono ben soddisfatti dai materiali compositi a matrice resinosa, epossidica, rinforzati con fibre di carbonio.

Il primo capitolo dell'elaborato tratta una rassegna generale sui materiali compositi con i diversi tipi di rinforzo di cui possono essere costituiti, scendendo sempre più nel dettaglio fino ad arrivare al materiale oggetto di studio in questo lavoro di tesi.

Nel secondo capitolo segue la descrizione dei provini ed il processo con cui sono stati ottenuti tramite stampaggio a compressione di materiale composito preimpregnato ottenuto per SMC. Sempre all'interno dello stesso capitolo viene descritta l'analisi microstrutturale condotta al microscopio e le prove di caratterizzazione meccanica a trazione.

Nel terzo ed ultimo capitolo vengono riportati i risultati ottenuti per le diverse tipologie di provini testati, in base al livello di pressione a cui sono stati prodotti ed alla lunghezza. Il confronto finale comporta il raggiungimento dell'obiettivo prefissato, ovvero quello di determinare la pressione ottimale di produzione del materiale composito.

# CAPITOLO 1

## Definizione, classificazione e principali metodi di produzione dei materiali compositi

I materiali compositi possono essere comunemente descritti come materiali costituiti da altri materiali tenuti insieme da un legante. Il motivo per cui si studia la tipologia composita è l'incessante ricerca di ottimizzazione a livello strutturale e quindi prestazionale delle risorse materiali di cui si dispone, per riuscire a conciliare notevoli caratteristiche meccaniche e chimiche con un costo contenuto.

Alcuni esempi di materiali compositi sono: il calcestruzzo, il legno compensato od anche il comune cemento armato in quanto sono tutti costituiti da diversi materiali i quali concorrono a formare il prodotto finale che sfrutta ogni singola caratteristica delle fasi di cui è composto.

### 1.1 Struttura e caratteristiche

Un materiale composito è costituito da diversi materiali semplici, i quali corrispondono singolarmente ad una fase. Ognuno di questi materiali è dotato di proprietà fisico-chimiche differenti a livello strutturale.

I diversi materiali che formano i compositi sono chiamati **costituenti** mentre, a seconda della loro funzione, si dividono in **matrice** e **rinforzo**.

Lo scopo è quello di riuscire a combinare le proprietà e le caratteristiche dei vari costituenti in modo da ottimizzarle nel prodotto finale ottenendo particolari requisiti con un costo il più limitato possibile.

La classificazione dei materiali compositi viene fatta sia in base alla forma dei costituenti che caratterizzano la struttura interna sia in riferimento alle caratteristiche della matrice. Nel settore ingegneristico, riferendosi ai costituenti, si prendono in considerazione 5 diversi tipi di materiali compositi: a fibre, a scaglie, a particelle, con riempitivo, a lamine.

I primi sono generalmente costituiti da una matrice in materiale tenace, elastico e non molto pesante ma che presenta una bassa resistenza meccanica. Per questo viene rinforzata con fibre rigide e resistenti ma che possono presentare una certa fragilità. Interposto al contatto matrice-fibre è spesso presente un legante, il quale permette di controllare le caratteristiche di resistenza alla separazione tra fibra e matrice in modo da ridistribuire correttamente le tensioni tra fibra e matrice. Una interconnessione tramite un efficiente legante permette al materiale di assumere buona rigidità a costo però di aumentare la sua fragilità. Il legame durante la produzione del materiale può essere facilitato inumidendo prima le fibre di rinforzo con il materiale che costituisce la matrice (preimpregnato).

I materiali compositi a scaglie constano di un rinforzo costituito da particelle piatte a basso costo di dimensioni molto variabili. Queste scaglie possono essere direttamente inglobate nella matrice oppure sfruttare la presenza di un legante. Rispetto alle fibre presentano qualche vantaggio tra cui una isotropia marcata delle proprietà meccaniche in un piano supposto parallelo alle scaglie nel caso in cui esse siano orientate parallelamente fra loro. Il composito risulta essere più compatto e resistente alla trasmissione di liquidi, nonché più salutare rispetto alle fibre in termini di inalazione durante le lavorazioni.

I materiali compositi a particelle hanno struttura, come deducibile dal nome, particellare: queste particelle hanno dimensioni varie in base alle caratteristiche che si vogliono ottenere, sono distribuite in modo casuale al contrario delle comuni fibre e scaglie e questo porta ad una isotropia quasi totale. I più noti di questa categoria vengono chiamati *cermets* e sono formati da polveri ceramiche in una matrice metallica. Resistono alle alte temperature, buona duttilità. Le proprietà variano a seconda del rapporto volumetrico percentuale esistente fra i costituenti: sono materiali normalmente utilizzati per la fabbricazione di utensili, matrici e stampi. Se le particelle hanno dimensione dell'ordine del micron e sono in percentuale molto inferiore rispetto alla matrice metallica allora si parla di materiali induriti per dispersione (*dispersion hardening*).

Nel caso in cui sia presente un materiale poroso che venga impregnato con un riempitivo che ne modifica le caratteristiche allora si parla di materiali compositi di un'altra categoria, per la precisione si parla di materiali compositi con riempitivo i quali presentano o una struttura tridimensionale oppure a nido d'ape. Con una struttura del primo tipo si ha una

matrice tridimensionale formata da un prodotto di sinterizzazione (prodotto sinterizzato: compresso e portato a temperature elevate per ottenere agglomerazione delle particelle per diffusione locale di materiale) poroso in modo da essere irrorato dal riempitivo. La matrice funge invece da struttura portante nel caso di materiale con matrice a nido d'ape, ideale per impegni ad alte temperature.

In generale i materiali a composizione prevalentemente porosa vengono utilizzati per la realizzazione di componenti come i cuscinetti .

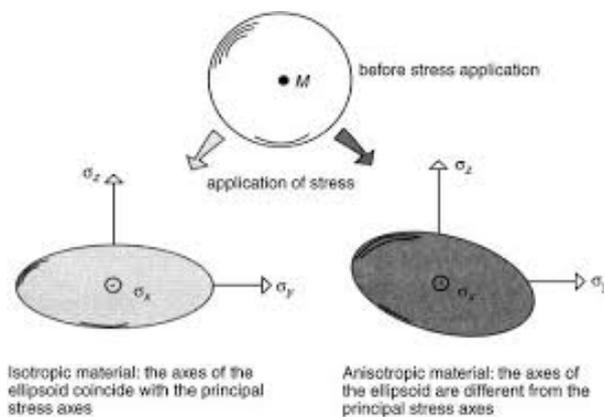
I compositi laminati sono costituiti da diversi strati di materiali, a loro volta definiti compositi, i quali vengono legati fra di loro per formatura a caldo (oppure saldatura o fusione). Le fibre e le matrici degli strati in questione sono orientati seguendo precisi angoli rispetto alla direzione di riferimento. Un esempio di composito laminato molto famoso è il vetro a prova di proiettile (vetro e vinile a strati alterni). Questi materiali possono presentare anche una struttura cosiddetta "a sandwich" che prevede due lamine esterne che racchiudono materiale a più bassa densità: ciò determina una ottima resistenza strutturale, in quanto le sollecitazioni si scaricano sugli strati esterni, ed elevata leggerezza dovuta allo strato interno.

Quello che differenzia queste cinque categorie è in primo luogo la struttura del materiale che comporta diverse caratteristiche e quindi diverse risposte alle sollecitazioni. Inoltre è noto che nei primi tre casi può essere presente o meno la matrice e che, nell'ultimo caso, si hanno costituenti sotto forma di lamine da cui derivano compositi realizzati sovrapponendo vari strati di materiali i quali possono essi stessi essere definiti compositi e dai quali deriva quindi un materiale "composito di compositi".

Come accennato in precedenza è possibile fare una classificazione anche per quanto riguarda le matrici che costituiscono i materiali compositi.

I più diffusi sono i materiali compositi a matrice polimerica: le matrici di questo tipo possono essere costituite da una resina termoindurente o termoplastica. La scelta dipende dal trattamento di cura da cui dipende anche la qualità finale del composito. Normalmente si guarda prevalentemente alla viscosità della resina in quanto più questa risulta essere bassa e più si favorisce l'impregnazione delle fibre e si riduce la quantità d'aria intrappolata durante il processo.

I motivi che spingono verso il continuo miglioramento in questo campo sono molteplici ma vertono tutti allo stesso scopo, ossia quello di ottenere materiali altamente performanti in termini strutturali e meccanici ma al contempo molto leggeri e versatili. Il rinnovato interesse per i materiali compositi deriva dalla necessità di alcuni settori come l'automobilistico, aeronautico e spaziale di poter utilizzare materiali con caratteristiche meccaniche e chimiche elevate. I compositi possono vantare un elevato valore del rapporto rigidità/peso o rigidità/densità: questo permette loro di non appesantire la struttura nei quali vengono impiegati ma allo stesso tempo di resistere a carichi notevoli senza deformarsi.



Comportamento isotropo e anisotropo sul piano delle tensioni

Generalmente presentano una struttura non omogenea ed un comportamento anisotropo: l'eterogeneità è dovuta al fatto che il materiale composito è costituito da diverse fasi le quali sono singolarmente omogenee ma quando concorrono a formare la struttura finale non si miscelano e quindi rimangono separate in maniera netta da una superficie in corrispondenza della quale si ha una discontinuità delle parti del materiale. I vari costituenti del composito devono essere intesi come indipendenti e quindi generalmente insolubili l'uno nell'altro e differenti dal punto di vista chimico.

L'anisotropia è invece quella proprietà del materiale di comportarsi in modo differente in base alla direzione della sollecitazione a cui viene sottoposto: questa differenza è dovuta comunemente, nei materiali compositi a costituenti fibrosi, all'orientazione delle fibre stesse. Infatti se la sollecitazione è nella direzione delle fibre il materiale resiste fino al carico di rottura sfruttando tutto il suo potenziale meccanico mentre se, ad esempio, si applica un carico in direzione ortogonale alle fibre, queste non lavorano e lasciano che tutta la sollecitazione si scarichi sulla matrice la quale, solitamente resinosa, non ha le

caratteristiche per resistere al carico da sola portando quindi ad una prematura rottura del materiale.

Per lo scopo della Tesi ed in linea con gli esperimenti fatti si prenderanno in considerazione solo i materiali appartenenti alla prima categoria fra quelle classificate, ovvero i compositi a fibre. Nello specifico si andranno ad analizzare i materiali compositi costituiti da fibre di carbonio e matrice resinosa termoindurente.

## **1.2 Materiali compositi a fibre**

La più generale definizione di fibra è la seguente: uno o più filamenti riuniti assieme in modo ordinato. Un filamento è un qualunque materiale di forma allungata che abbia un rapporto fra minima lunghezza e massima dimensione trasversale pari a circa 10 (dimensione trasversale non superiore al millimetro).

Quello che rende i materiali compositi a fibre così altamente performanti a livello meccanico è proprio la piccolissima dimensione delle fibre stesse. In altre parole, un materiale risulta essere tanto più resistente quanto più diminuisce la dimensione del campione su cui si effettua la misura: questo perché più la dimensione del campione è piccola meno si rischia di incorrere in tagli e difetti. Per questo solitamente le caratteristiche reali dei materiali differiscono di diversi ordini di grandezza da quelle teoriche, per la misura delle quali non si tiene conto di imperfezioni. Questo risultato è conseguenza del cosiddetto “effetto dimensionale” dato che, in sezioni ridotte, la probabilità che si verifichino imperfezioni diminuisce. Nel caso delle fibre più sottili vi è la quasi totale eliminazione dei difetti superficiali ed interni e questo assicura buonissime proprietà meccaniche e strutturali, resistenza meccanica molto elevata, modulo elastico molto alto, peso specifico basso e comportamento generalmente elastico-lineare fino a rottura. Molto interessante è il fatto che le fibre possiedono densità inferiore ai metalli ed alle leghe leggere presentando al contempo resistenza e modulo elastico superiori: sono quindi più leggere ma soprattutto più performanti del proprio materiale costitutivo in forma massiva, raggiungendo valori prossimi a quelli teorici. Analizzando la resistenza specifica e il modulo elastico specifico (definiti in rapporto al peso specifico del materiale) si nota la pesante discrepanza fra i valori dei materiali delle fibre e quelli tradizionali come Acciaio e Leghe di Alluminio.

Materiale delle fibre	Resistenza a trazione $\sigma_r$ (MPa)	Modulo elastico $E$ (MPa)	Densità $\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )	Resistenza specifica $\sigma_r/\rho$ (m <sup>2</sup> /s <sup>2</sup> )	Modulo specifico $E/\rho$ (m <sup>2</sup> /s <sup>2</sup> )
Vetro E	3000	72 400-76 000	2,54	1,18	28,5
Vetro S	4600	84 000-88 000	2,48	1,85	35,5
Boro con anima in tungsteno	3500	410 000	2,60	1,35	158,0
Boro con anima in grafite	3200	365 000	2,10	1,56	174,0
Aramidiche	3600	130 000	1,48	2,43	87,0
Allumina policristallina	1400	380 000	3,70	0,373	103,0
Grafite PAN, HS, alta resistenza	3500	228 000	1,78	1,96	128,0
Grafite, modulo intermedio	2500	250 000	1,78	1,39	140,0
Grafite alto modulo	2100	390 000	1,90	1,10	205,0
Grafite modulo estrem. alto	1700	517 000	1,86	0,92	278,0
Grafite da precursore Pitch (Pece)	1500	345 000	2,02	0,85	171,0
Tungsteno	4200	414 000	19,30	0,22	21,0
Berillio	1300	241 000	1,83	0,71	132,0

Tabelle di confronto tra i valori di resistenza e modulo delle fibre e dei materiali tradizionali

Materiale	Resistenza a trazione $\sigma_r$ (MPa)	Modulo elastico $E$ (MPa)	Densità $\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )	Resistenza specifica $\sigma_r/\rho$ (m <sup>2</sup> /s <sup>2</sup> )	Modulo specifico $E/\rho$ (m <sup>2</sup> /s <sup>2</sup> )
Acciaio	340-2100	210 000	7,86	0,043-0,270	26,9
Leghe di alluminio	140-620	70 000	2,70	0,052-0,230	25,9

Le massime proprietà meccaniche sono ottenibili da fibre sotto forma di filamenti monocristallini (*whiskers*) che hanno diametri dell'ordine del micron, avvicinandosi così alla resistenza meccanica teorica.

Le fibre nei materiali compositi possono essere generalmente di due tipi: lunghe (e continue) o corte.

Le prime permettono una trasmissione della sollecitazione per tutta la loro lunghezza, dal carico al vincolo: si possono però incontrare sezioni difettose o tensioni residue dalla fabbricazione che fanno sì che alcune fibre vengano caricate più di altre.

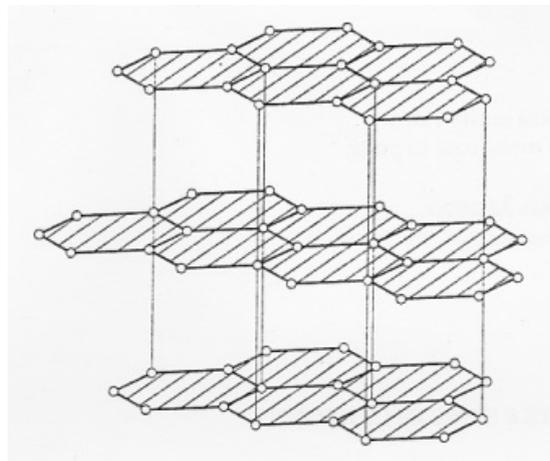
Le fibre corte invece assicurano resistenza prossima a quella teorica del materiale di cui la fibra è costituita, per il discorso fatto in precedenza derivato dall'effetto dimensionale. Non si pensi però che i valori caratteristici delle fibre corrispondano a quelli del materiale composito: infatti per il trasferimento delle sollecitazioni all'interno del materiale composito, analizzato nella sua completezza, è necessario attraversare la matrice la quale presenta caratteristiche meccaniche molto inferiori.

Un componente caratterizzato da una struttura a fibre lunghe (generalmente assialsimmetrico o di semplice geometria) presenta solitamente un comportamento anisotropo (ortotropo se le fibre sono intrecciate tra loro ad angolo retto) mentre le fibre corte distribuite in modo casuale comportano resistenza più bassa ma caratteristiche quasi isotrope. Ovviamente la resistenza ad un carico applicato in una certa direzione dipende dal numero di fibre orientate allo stesso modo.

Le fibre di vetro e le fibre di carbonio sono quelle più utilizzate.

### 1.3 Fibre di carbonio

Le fibre di carbonio nascono per soddisfare la richiesta di proprietà analoghe ma maggiore modulo elastico rispetto alle fibre di vetro, pur dovendo sostenere un costo più elevato. Il carbonio può presentare in alcuni casi la struttura tipica reticolare, cristallina, ed esagonale caratteristica della grafite (rappresentata nella figura): infatti le fibre di carbonio possono essere anche chiamate fibre di grafite in quanto la concentrazione di quest'ultima cresce all'aumentare della temperatura finale di processo nel caso in cui siano ottenute per **grafitizzazione** (processo che avviene fra 1900 e 3000°C durante il quale una parte sempre maggiore di carbonio assume struttura cristallina rudimentale).



Struttura della grafite

Qualora siano richiesti elevata resistenza e notevole rigidità alle alte temperature, corredate di bassa densità e buona inerzia chimica, si consiglia l'utilizzo della fibra di carbonio: le sue caratteristiche meccaniche possono essere migliorate riducendo i micro difetti strutturali con un forte riscaldamento del materiale di partenza fino a circa 2000°C, compattando i piani cristallini. La differenza fra l'ottenimento di grafite e carbonio risiede proprio nella temperatura di trattamento. Infatti sopra i 2000°C la distanza media fra i piani cristallini è inferiore a 0.334  $\mu\text{m}$  e si ottiene grafite (grafitizzazione), sotto i 2000°C la distanza è superiore a 0.334  $\mu\text{m}$  e si originano strutture con più imperfezioni ottenendo carbonio (carbonizzazione).

Le fibre di carbonio derivano da sostanze organiche contenenti elevate percentuali di carbonio, le quali costituiscono il materiale di partenza nel processo di produzione: solitamente si tratta di fibre polimeriche quali **rayon**, **poliacrilonitrile (PAN)**, **catrame** o **pece**.

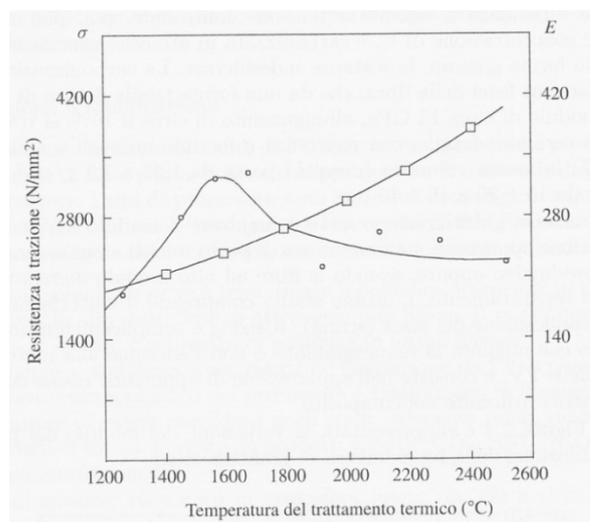
Il rayon, fibra tessile artificiale, è ricavata dalla cellulosa. Dalle fibre di rayon è possibile ottenere delle molecole di carbonio e cristalli di grafite le quali vengono trattate ad alte temperature per stabilizzazione sotto i 400°C, carbonizzazione sotto i 1500°C e grafitizzazione fino a circa 3000°C.

Durante la loro permanenza ad alte temperature, le fibre vengono sottoposte a trazione per ordinare gli strati di grafite ed allinearli con l'asse della fibra per incrementare rigidità e resistenza.

Gli stessi trattamenti ad alte temperature possono essere eseguiti sugli altri materiali di partenza (PAN e pece) variando nei particolari per ognuno dei precursori organici.

In generale tutti i tipi di fibre di carbonio prodotte sono ottenute per **pirolisi** in atmosfera inerte (ovvero in assenza di ossigeno) di fibre polimeriche che rappresentano il materiale di partenza.

Le fasi principali sono essenzialmente 4: filatura, stabilizzazione, carbonizzazione e grafitizzazione le quali differiscono per le temperature di processo ma condividono lo stesso obiettivo ovvero liberare i filamenti, che andranno poi a costituire le fibre, da prodotti volatili (in forma gassosa) in modo da restringere sempre più la sezione trasversale aumentando le caratteristiche meccaniche e modulo.



PAN: andamento del modulo (E) e resistenza a rottura (σ) in funzione della temperatura di grafitizzazione

La carbonizzazione è sede di cambiamenti fisici della fibra: nel caso del PAN, da una fibra tessile dotata di resistenza scarsa di 15 Gpa e allungamento di circa il 10% si passa ad una fibra ceramica fragile con resistenza e modulo notevoli ed allungamento 1-2%. La densità passa da 1,5 a 1,7 g/cm<sup>3</sup> e il diametro diminuisce da 15 a 10 µm.

La grafitizzazione innalza il modulo e quindi avviene sotto una certa tensione, dura pochi minuti e può essere effettuata separatamente dal processo di produzione.

Esiste una classificazione fatta in base alle proprietà meccaniche delle fibre di carbonio:

HTS (High Tensile Strength) → resistenza superiore a 4000 Mpa, modulo attorno a 250 Gpa e allungamento a rottura di 1,5-1,9%. Sono le più diffuse.

HM (High Modulus) → modulo fra 350 e 500 Gpa, resistenza di circa 2000 Mpa ed allungamento a rottura dello 0,5%.

IM (Intermediate Modulus) → modulo di circa 300 Gpa ed allungamento a rottura vicino a 1,5%. Resistenza simile alle HTS, sono le più recenti.

Nello specifico le fibre derivanti dal rayon sono caratterizzate da una minore resistenza rispetto a quelle ottenute con PAN ma assicurano un modulo più elevato; perciò le proprietà meccaniche dipendono in primo luogo dal precursore organico da cui si ottengono le fibre e secondariamente dal trattamento termico a cui sono sottoposte. In linea di massima il modulo cresce con la temperatura di grafitizzazione fino a 2800°C mentre la resistenza aumenta al diminuire del diametro.

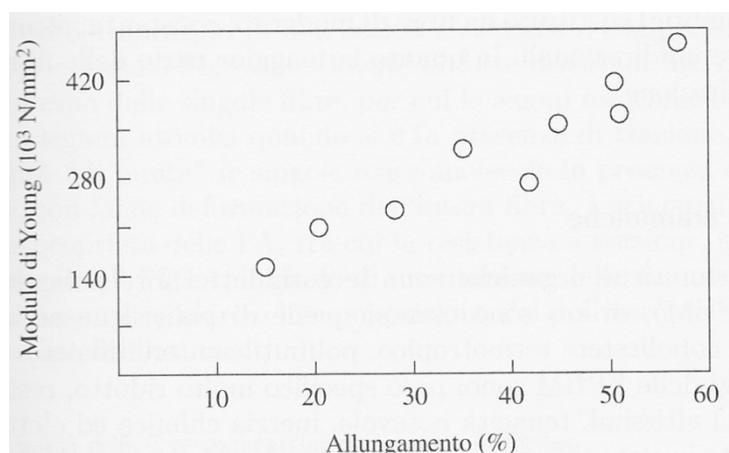


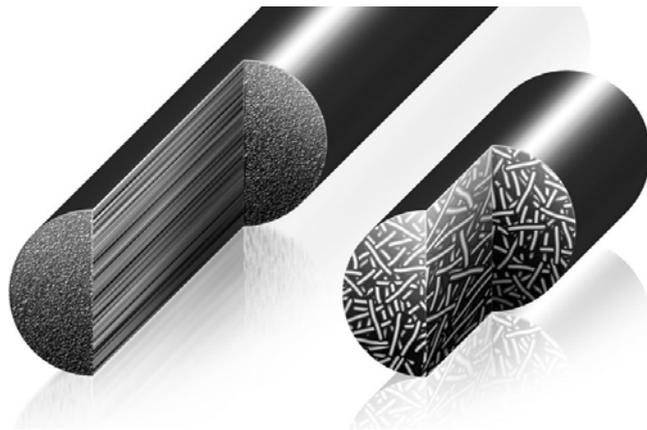
Grafico Modulo-Allungamento Fibre di rayon

Le fibre ottenute dal rayon vengono fornite in assemblaggi a filo ritorto (*yarn*) mentre quelle ottenute dal PAN possono avere sezione circolare abbastanza regolare e possono essere raccolte sotto forma di assemblaggi a filo ritorto oppure non ritorto (*tow*). I fasci di fibre avvolti in bobine possono essere destinati alla realizzazione di stuoie (*mat*) a fibre continue oppure tagliate: nel secondo caso sono generalmente fibre disposte in modo casuale collegate tramite legante.

La produzione di lamine piane da trattare termicamente utilizza vari fasci di fibre impregnati di resina disposti in modo ordinato: i prodotti preimpregnati vengono a loro volta stivati in bobine e successivamente utilizzati nei processi di produzione.

Le fibre di carbonio in commercio sono prevalentemente di due tipi: fibra lunga continua e fibra corta. Queste ultime sono più economiche a livello di materiale e di fabbricazione ma con i costi calano anche le proprietà meccaniche: le fibre più corte sono dette **macinate** (circa 0,3 mm di lunghezza) ed assicurano, per un piccolo aumento di peso in un materiale composito a matrice polimerica, un elevato incremento delle caratteristiche meccaniche (43% resistenza, 217% modulo). Seguono le fibre **tagliate** (chopped fibers), più lunghe delle precedenti (circa 6 mm) e le fibre **tagliate lunghe** (longer chopped fibers) che arrivano ad una lunghezza di 50 mm e sono per lo più impiegate nello stampaggio a compressione.

Le fibre lunghe sono utilizzate nelle forme sopra descritte (*yarn, tow, mat ecc.*)



Fibre lunghe e Fibre corte a confronto

Riassumendo le fibre di carbonio presentano elevati valori assoluti del modulo di Young ma resistenza a trazione inferiore a quella delle fibre di vetro. Presentano densità bassa ed al contempo elevata rigidità, con un allungamento a rottura che generalmente oscilla fra 0.6-1.4%.

## 1.4 Le matrici termoindurenti

I materiali compositi a matrice polimerica sono senza dubbio i più diffusi in confronto alle matrici di tipo metallico o ceramico. Le matrici plastiche o polimeriche si dividono in due categorie in base alla tipologia di resina dalla quale sono composte: **termoindurenti** o **termoplastiche**.

La polimerizzazione è il processo con il quale si forma un polimero, un'unione di gruppi di monomeri i quali vanno a costituire la molecola in questione: la scelta della resina dipende dal trattamento di cura. Normalmente è richiesta una viscosità delle resina decisamente bassa per favorire l'impregnazione delle fibre, perciò anch'essa è un fattore di un certo peso. In base alla conformazione delle molecole costituenti la resina, i materiali compositi a matrice resinosa si dividono in **termoindurenti** (TI) e **termoplastici** (TP).

La sostanziale differenza fra i due tipi di resina consiste nel fatto che le proprietà termoindurenti, a differenza di quelle termoplastiche, non permettono alla resina di tornare allo stato liquido una volta avvenuta la polimerizzazione e quindi non è possibile nessuna lavorazione aggiuntiva dopo il trattamento termico ed il conseguente indurimento della resina (l'aumento della temperatura dopo la polimerizzazione completa porterebbe al degrado della resina). Si ha quindi una trasformazione chimica irreversibile. Le proprietà termoplastiche consentono la reversibilità del processo di polimerizzazione riportando, con l'aumento di temperatura, la resina allo stato liquido diminuendone sempre di più la viscosità. Il comportamento agli antipodi dei due diversi tipi di resina è dovuto prettamente alla struttura delle molecole.

Il vantaggio delle resine termoindurenti è l'intervallo di temperature a cui possono essere lavorate: le resine termoplastiche sono limitate dalle basse temperature a cui possono essere processate.

Nella preparazione di **preimpregnati** vengono impiegate resine termoindurenti, le quali si trovano solitamente allo stato liquido a temperatura ambiente; per questo scopo è necessaria una viscosità della resina molto bassa che permette alle fibre di essere impregnate in modo più veloce ed in profondità. Le fibre vengono prima disposte sotto forma di tessuti ordinati che vengono poi immersi nella matrice ancora liquida che successivamente viene trattata e portata nel cosiddetto **stadio-B** in cui la resina è ancora fusibile attraverso un riscaldamento o un aumento della pressione (la transizione da stadio-B a stadio-C, polimero non più fusibile, è ottenuta tipicamente tramite stampaggio).

Quindi, una volta terminato il processo intermedio, si ha a disposizione un materiale facilmente manipolabile: disponendo gli strati di preimpregnato nello stampo previsto si conclude il processo riscaldando ed applicando una certa pressione per ultimare la reticolazione della resina.

Le resine termoindurenti sono fragili a causa della loro macrostruttura derivante dalla reticolazione la quale permette alle cricche di propagarsi senza opporre rilevante resistenza; la fragilità può essere però ridotta tramite miscelazione con gomma liquida o resine termoplastiche.

Esistono diversi tipi di resine termoindurenti ma le più utilizzate sono essenzialmente due: del tipo **poliestere** o **epossidico**. Nonostante le resine poliestere abbiano eccellenti proprietà meccaniche e siano facilmente lavorabili, le resine epossidiche hanno caratteristiche migliori comportando però anche un costo più elevato.

Resine	Epossidiche	Poliestere
$\delta$ (g/cm <sup>3</sup> )	1,2	1,1 ÷ 1,3
$E$ (GPa)	4,905	3,924
$\sigma_{\text{trazione}}$ (MPa)	88,3	49 ÷ 78,5
Allung. Rottura (%)	1,5	2,5 ÷ 4
$\sigma_{\text{flessione}}$ (MPa)	118	98
$T$ di esercizio (°C)	100 ÷ 200	< 100

Confronto resine epossidiche e poliestere

Le resine poliestere che presentano a livello molecolare un *cross-linking* tra le catene ramificate, che si uniscono tra loro in corrispondenza di alcuni atomi delle ramificazioni, possono essere utilizzate come matrici da rinforzare con fibre.

Le resine epossidiche prendono il loro nome dalla presenza del gruppo epossidico nella catena del polimero: la presenza di catalizzatori può formare centri di legame incrociato in modo da ottenere una resina in una forma tale da poter essere utilizzata come matrice da rinforzare con fibre. Per una resina di tipo TI la presenza dei cross-link a livello molecolare conferisce stabilità e rigidità al variare della temperatura.

Le epossidiche hanno il vantaggio di poter essere trattate a temperature e pressioni non elevate; infatti le temperature ed i tempi di polimerizzazione cambiano in base al tipo di

resina e possono spaziare da trattamenti a temperatura ambiente di brevissima durata fino a richiedere temperature prossime ai 200°C e tempi decisamente lunghi.

Questo tipo di resine possiede buone caratteristiche meccaniche e resistenza all'umidità e sono utilizzate in ambito aerospaziale poiché presentano maggiori resistenze a compressione ed una soglia più alta dell'inizio di rottura rispetto alle altre resine. Decisamente importante nei materiali compositi a fibre è la compattezza fra la matrice ed il rinforzo: le resine epossidiche presentano un basso ritiro (circa 2%) durante la reticolazione e questo è importante perché mantiene la coesione fra matrice e fibre evitando la formazione di cricche nel materiale. Si fa largo uso di queste resine nei processi di formatura (a sacco sotto vuoto ed in autoclave) e stampaggio per compressione.

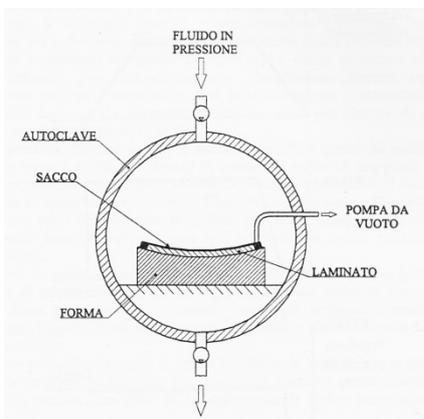
## **1.5 Processi di produzione per compositi a matrice in resina termoindurente**

La produzione di materiali compositi per formatura può avvenire in **stampo aperto** o **stampo chiuso**. Esistono diverse tecniche di produzione in entrambi i casi ma la prossima analisi si limiterà a prendere in considerazione due soli metodi, uno in stampo aperto ed uno in stampo chiuso.

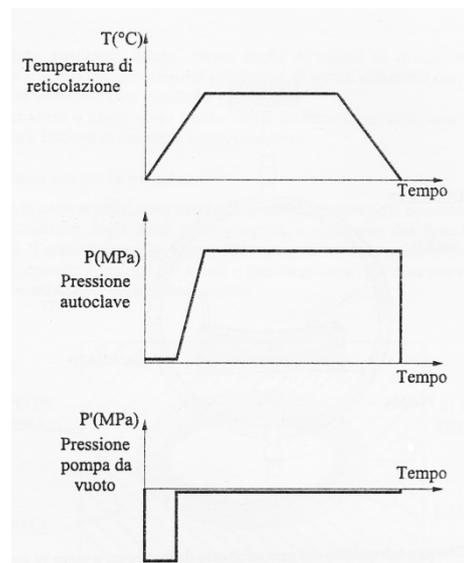
La prima tecnologia ad essere osservata è la **formatura a sacco**, nello specifico in **autoclave**. Si tratta di una tecnica in stampo aperto all'interno di un grande recipiente pressurizzato isolato termicamente, dentro il quale circola un fluido caldo in pressione, chiamato autoclave: all'interno di esso è possibile raggiungere pressioni decisamente più elevate rispetto a quella atmosferica permettendo di ottenere laminati con caratteristiche meccaniche migliori rispetto alla semplice formatura a sacco vuoto in cui la pressione di compattazione del laminato è prodotta dalla semplice pressione atmosferica.

Le dimensioni dell'autoclave possono raggiungere diametri massimi di 5-6 m e lunghezze di 18-20 m per massicci utilizzi industriali: la pressurizzazione all'interno è ottenuta utilizzando un fluido di lavoro generalmente costituito da CO<sub>2</sub> riscaldato e messo in pressione.

Il campo di utilizzo a livello di temperature e pressioni va da circa 120°C e 3 atm fino ad arrivare a diverse centinaia di gradi e decine di atmosfere. La temperatura e la pressione all'interno di esso devono variare molto rapidamente durante il ciclo di cura e per questo motivo sono richieste una valida fonte termica ed un'elevata capacità di pressurizzazione: è richiesto inoltre un opportuno sistema per la circolazione del fluido che eviti la formazione di gradienti termici tra le diverse zone.



Formatura a sacco in autoclave



Grafici temperature e pressione in funzione del tempo

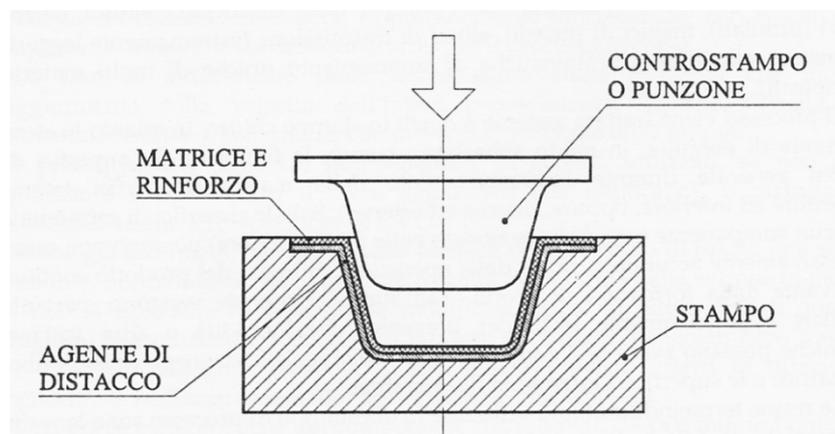
Di particolare interesse è la formatura a sacco utilizzando i **preimpregnati**: come già accennato in precedenza si tratta di prodotti intermedi nel processo produttivo costituiti da elementi di rinforzo impregnati di resina, generalmente termoindurente, in una fase che precede la formatura. I diversi strati di preimpregnato (sotto forma di fibre tessute oppure corte, tagliate distribuite casual-mente) vanno a formare il laminato che sarà poi messo all'interno del sacco. I preimpregnati sono utilizzati per ottenere componenti di geometria complessa o per applicazioni di un certo rilievo nel settore aerospaziale e automobilistico: vengono raccolti in grandi rotoli di utilizzazione immediata e la loro superficie è ricoperta da uno strato sottile di polietilene che funge da protezione.

Nella formatura a sacco l'insieme degli strati viene posto sotto vuoto all'interno di una membrana flessibile a tenuta chiamata appunto sacco: si vuole creare il vuoto al suo

interno per rimuovere l'aria e altre sostanze volatili intrappolate fra gli strati di composito. Viene prevista anche la forma che si vuole dare al laminato la quale viene messa in autoclave insieme, ovviamente, al laminato all'interno del sacco. Durante il processo viene ulteriormente ridotta la depressione all'interno del sacco, da 0,1 Mpa di partenza fino a 0,01 Mpa, allo scopo di poter individuare perdite di pressione durante la fase di reticolazione della resina. Il vuoto si mantiene anche durante il raffreddamento.

Quello che si ottiene è un prodotto di alta qualità quasi totalmente privo di vuoti, il che significa ottime proprietà strutturali e caratteristiche di aderenza di uno strato all'altro. Con la formatura a sacco in autoclave è possibile ottenere laminati di forme molto complesse e di notevole resistenza.

I processi in stampo chiuso permettono la realizzazione di una finitura più accurata di quella ottenibile con i processi in stampo aperto e soprattutto sull'intera superficie del prodotto non solo una parte. Fra le tecniche in stampo chiuso si prenderà in considerazione lo **stampaggio per compressione**, ideale per la realizzazione di componenti in materiale composito nel caso di elevati volumi produttivi.



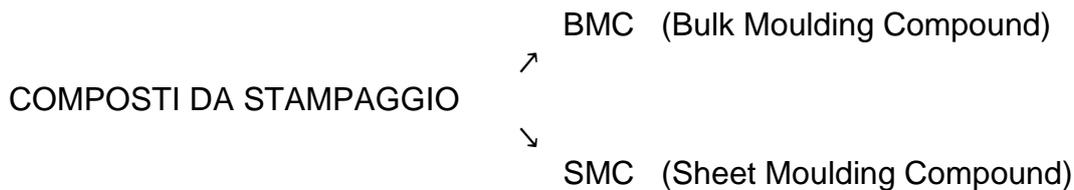
Schema stampaggio per compressione

Il processo prevede l'utilizzo di uno stampo, di un controstampo (entrambi generalmente di acciaio cromato, con elevata finitura superficiale) e di una pressa per stampaggio.

L'insieme stampo-controstampo viene riscaldato per favorire la reticolazione e di conseguenza l'indurimento della resina. Successivamente l'insieme viene posizionato sotto la pressa ed il carico da essa esercitato sulla superficie dello stampo viene mantenuto per un determinato tempo. Una volta terminato lo stampaggio si rimuove il controstampo e si rimuovono le bave di resina che normalmente risalgono le pareti dello

stampo a causa della forte compressione che induce la resina in eccesso ad uscire dal preimpregnato durante il processo. Si parla di *postcuring* nel caso in cui siano previsti trattamenti termici dopo l'indurimento della resina, per migliorare le caratteristiche del prodotto.

Il materiale composito che viene posizionato all'interno dello stampo è normalmente utilizzato sotto forma di **composti da stampaggio** i quali si dividono in due categorie.



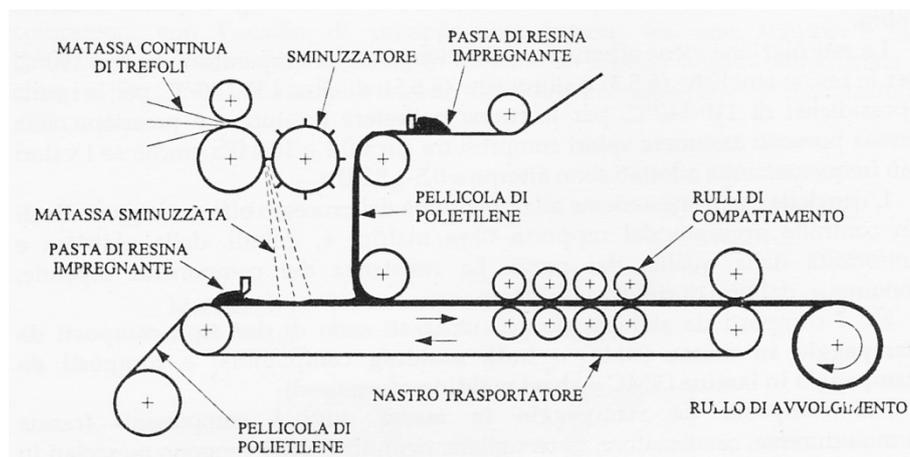
I primi sono anche detti composti da stampaggio in massa in quanto tutti i costituenti del materiale composito (ovvero resina, catalizzatore, fibre ecc.) vengono mescolati in modo da formare una pasta fibrosa da utilizzare sotto forma di barre ottenute per estrusione. La pressione di lavoro varia fino a 40 Mpa ma generalmente è molto più bassa mentre la temperatura di compressione è contenuta in un intervallo che va da 150 a 200°C.

I composti **SMC** sono anche chiamati composti da stampaggio in lamine e si ottengono come i materiali preimpregnati. Le fibre tagliate (lunghezza non superiore a 50 mm) disposte con orientamento casuale vengono mescolate con resina e catalizzatori e deposte su una sottile pellicola di polietilene; a chiudere il tutto viene deposta un'altra pellicola di polietilene e successivamente il tutto viene schiacciato mediante rulli. Quello che si ottiene sono dei fogli che vengono poi avvolti in rulli da utilizzare come prodotti di partenza per i processi di stampaggio per compressione. La reticolazione della resina prevede temperature fra i 150 e i 200°C, le pressioni di stampaggio arrivano fino a 14 Mpa con valori tipici inferiori. Le lamine ottenute per SMC vengono tagliate osservando determinate dimensioni, quelle dello stampo, ricordando di asportare lo strato di polietilene prima dello stampaggio.

Tramite stampaggio di BMC ed SMC si ottengono prodotti con buone caratteristiche meccaniche, ma non elevate a causa della bassa frazione volumetrica delle fibre la quale non supera il 30%. Il processo è rapido e relativamente economico. Si ottiene un incremento delle proprietà aggiungendo fibre continue nei compositi SMC, anche se la percentuale di queste ultime non deve essere eccessivamente alta a causa della difficoltà nel mantenerle orientate durante la compressione.

Utilizzando pressioni elevate si ottiene una notevole riduzione dei vuoti, buona finitura superficiale ed elevata precisione dimensionale; le caratteristiche meccaniche di tali materiali compositi li rendono particolarmente utilizzati nel settore automobilistico per la produzione di componenti quali cofani, paraurti ecc.

Fibre di carbonio e resine epossidiche sono i materiali più adatti da utilizzare nello stampaggio per compressione (*compression moulding*).



Schema produzione compositi per SMC

# CAPITOLO 2

## Analisi e caratterizzazione meccanica dei provini ottenuti per SMC

In questo capitolo si procederà con l'analisi di un particolare tipo di materiale composito: dopo aver descritto nella parte precedente le diverse strutture di rinforzo, le tipologie di matrici ed i principali processi di produzione, si tratterà di uno specifico composito con determinate caratteristiche strutturali.

Il materiale in questione è costituito da un rinforzo in fibra di carbonio **chopped** con matrice resinosa termoindurente di tipo epossidico, ottenuto per SMC.

### 2.1 Descrizione dei provini

Lo scopo del progetto è quello di studiare le proprietà meccaniche del materiale composito, passando anche attraverso un'analisi dettagliata della sua microstruttura.

Il materiale è stato fornito sotto forma di provini le cui dimensioni seguono la normativa ASTM D 3039/D 3039M per le prove di trazione di compositi a fibre.

 D 3039/D 3039M – 00 (2006)

TABLE 2 Tensile Specimen Geometry Recommendations<sup>4</sup>

Fiber Orientation	Width, mm [in.]	Overall Length, mm [in.]	Thickness, mm [in.]	Tab Length, mm [in.]	Tab Thickness, mm [in.]	Tab Bevel Angle, <sup>a</sup>
0° unidirectional	15 [0.5]	250 [10.0]	1.0 [0.040]	56 [2.25]	1.5 [0.062]	7 or 90
90° unidirectional	25 [1.0]	175 [ 7.0]	2.0 [0.080]	25 [1.0]	1.5 [0.062]	90
balanced and symmetric	25 [1.0]	250 [10.0]	2.5 [0.100]	emery cloth	—	—
random-discontinuous	25 [1.0]	250 [10.0]	2.5 [0.100]	emery cloth	—	—

<sup>4</sup> Dimensions in this table and the tolerances of Fig. 2 or Fig. 3 are recommendations only and may be varied so long as the requirements of Table 1 are met.

configurations that have reportedly been successfully used have incorporated steel tabs or tabs made of the same material as is being tested.

8.2.2.6 *Bonded Tab Length*—When using bonded tabs, estimate the minimum suggested tab length for bonded tabs by the following simple equation. As this equation does not account for the peaking stresses that are known to exist at the ends of bonded joints. The tab length calculated by this equation should normally be increased by some factor to reduce the chances of joint failure:

$$L_{\min} = F^{0.8}h/2F^{0.8} \quad (4)$$

where:

$L_{\min}$  = minimum required bonded tab length, mm [in.];  
 $F^{0.8}$  = ultimate tensile strength of coupon material MPa

8.3.3 *Labeling*—Label the coupons so that they will be distinct from each other and traceable back to the raw material and in a manner that will both be unaffected by the test and not influence the test.

#### 9. Calibration

9.1 The accuracy of all measuring equipment shall have certified calibrations that are current at the time of use of the equipment.

#### 10. Conditioning

10.1 *Standard Conditioning Procedure*—Unless a different environment is specified as part of the experiment, condition the test specimens in accordance with Procedure C of Test

Tabella dimensioni provini di trazione secondo la normativa

I provini sono stati prodotti tramite stampaggio per compressione di laminati ottenuti per SMC, nello specifico è stato utilizzato il materiale EPOPREG 90 CF-EJ 39544 con un contenuto percentuale di fibre nell'intervallo 50-65% in peso.

### Technical data sheet

#### EPOPREG 90 CF - EJ 39544

##### description

EPOPREG EP 90 CF - EJ 39544 is a SMC based on Epoxy resin reinforced with chopped carbon fibres. The fibre content is in the range of 50 – 65 % by weight. EPOPREG EP 90 CF is capable of compression moulding and particularly suitable for structural applications.

##### material properties

characteristics	method	unit	value
surface weight	ISO 10352	g/m <sup>2</sup>	1.500
fibre content	ISO 1172	%	58
fibre length	DF PA3.01	mm	25
specific density	ISO 1183 A	g/cm <sup>3</sup>	1,53
shrinkage	ISO 2577	%	-0,09
flexural modulus	ISO 14125	N/mm <sup>2</sup>	42.500
flexural strength	ISO 14125	N/mm <sup>2</sup>	550
tensile modulus	ISO 527-4	N/mm <sup>2</sup>	45.000
tensile strength	ISO 527-4	N/mm <sup>2</sup>	300
impact strength	ISO 179	KJ/m <sup>2</sup>	65
TG Onset	DMA / 2 K/min	°C	140
TG Peak tan d	DMA / 2 K/min	°C	164

Properties were determined on compression-moulded specimens according DIN EN 14598

#### Data sheet materiale composito preimpregnato

I laminati SMC di questo specifico materiale, stando alle informazioni riportate su *data sheet*, devono essere stivati in rulli e mantenuti a temperatura di circa -18°C per evitare il rapido degrado della resina. La pellicola di polietilene che protegge il composito deve essere rimossa soltanto poco prima dell'inizio del processo di stampaggio, ovvero nella fase in cui si prepara lo stampo.

Il processo che permette di ottenere i provini prevede l'utilizzo di una pressa a piani caldi per stampaggio a compressione di stampi in alluminio. In questo caso i provini sono stati ricavati da una piastra piana quindi la geometria dello stampo è piuttosto semplice.

La quantità di materiale composito da utilizzare per produrre le piastre in questione è di 530 g misurato sulla bilancia elettronica.



Stampo in alluminio

Si procede tagliando direttamente dal rullo di composito preimpregnato ottenuto per SMC un primo foglio che abbia circa le dimensioni della base dello stampo (formato circa A4) così da poter poi tagliare altri pezzi di dimensioni qualsiasi che andranno posizionati sul foglio base e pesati insieme. Una volta raggiunta la quantità desiderata il materiale viene messo all'interno dello stampo in alluminio e il tutto viene posizionato tra i piani caldi della pressa, già a temperatura di processo: in questo particolare caso è richiesta una temperatura di 140-160°C per un tempo di circa 10 minuti.



Rullo materiale composito SMC



Stampo sotto i piani caldi della pressa



Piastre appena tolte dallo stampo

Tra le caratteristiche degne di nota del materiale composito utilizzato vi sono le proprietà reologiche che riguardano la dipendenza della viscosità dalla velocità di variazione di temperatura.

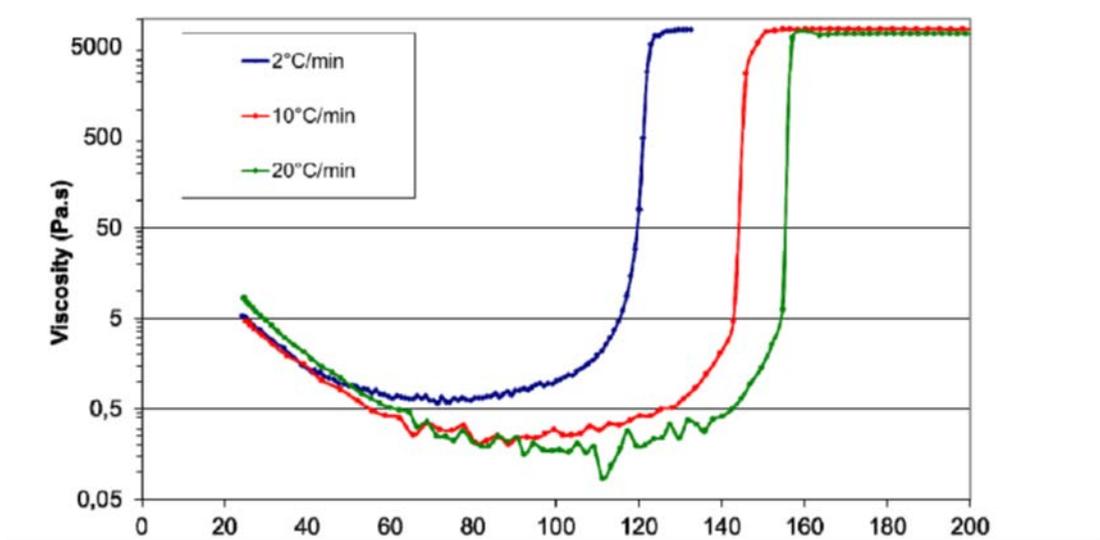


Grafico viscosità-temperatura

La particolarità di questo progetto è che i provini forniti, ricavati tutti dallo stesso materiale, sono stati però processati a **4 differenti pressioni** e perciò possono essere divisi in quattro diversi gruppi in relazione alle diverse pressioni a cui sono stati prodotti.

La pressione in questione è quella che viene esercitata sullo stampo e quindi quella sentita dal laminato e che va direttamente ad agire sulla reticolazione della resina e sulla struttura dei provini: attenzione, non è quindi la stessa che viene data in input alla pressa! Infatti la pressione idraulica che agisce sul pistone della pressa che va a spingere i piani caldi uno contro l'altro deve poi essere distribuita sulla superficie del pistone stesso: si ricava quindi la forza (F) che il pistone esercita sullo stampo e, sapendo la superficie di quest'ultimo, è possibile ricavare l'effettiva pressione percepita all'interno dello stampo che è quella ad opera della quale si ricavano quattro differenti tipi di provini ed è quella che viene presa in considerazione nella loro classificazione.

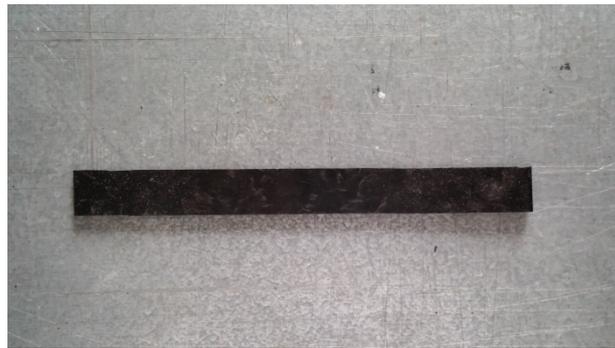
$$F = p^* \times A^* \text{ (indicando con } * \text{ le grandezze che si riferiscono al pistone)}$$

$$P = F \times A \text{ (indicando con } P \text{ pressione di progetto per piastre e con } A \text{ superficie stampo)}$$

Le 4 pressioni (P) di progetto a cui sono stati prodotti i provini sono:

- . 25 bar
- . 50 bar
- . 100 bar
- . 150 bar

Da ogni piastra sono stati ricavati 11 provini per un totale di 44 provini.



Provino in materiale composito SMC

Conoscendo il metodo con cui vengono prodotte le piastre in materiale composito da cui derivano i provini, sarebbe lecito pensare che all'aumentare della pressione lo spessore delle piastre all'interno dello stampo diminuisca. Questa ipotesi è in parte verificata, in quanto dalla catalogazione dei provini risulta una diminuzione dello spessore a partire dai provini a 25 bar in calando fino ai 100 bar: sussiste però un piccolo incremento, dovuto a valori molto più dispersi, nella media dello spessore dei provini processati a 150 bar.

Il materiale in esame è composto da fibre corte orientate in modo casuale e disperse in modo altrettanto libero all'interno della matrice: questo comporta, nell'analisi di una singola piastra ottenuta per stampaggio, una varietà di spessore all'interno di essa. Variazione che può comunque ritenersi inaspettata in quanto la pressa applica un carico uniforme su tutta la superficie dello stampo, il quale assicura una pressione uniforme sul materiale (si parla di variazioni dell'ordine del decimo di millimetro). Dalla catalogazione fatta emerge però che gli 11 provini provenienti da una singola piastra presentano spessori diversi tra loro e altrettanto diversi rispetto ai provini provenienti dalle altre piastre: questo sta a significare che ogni provino è diverso dall'altro e soprattutto può comportarsi in modo differente.

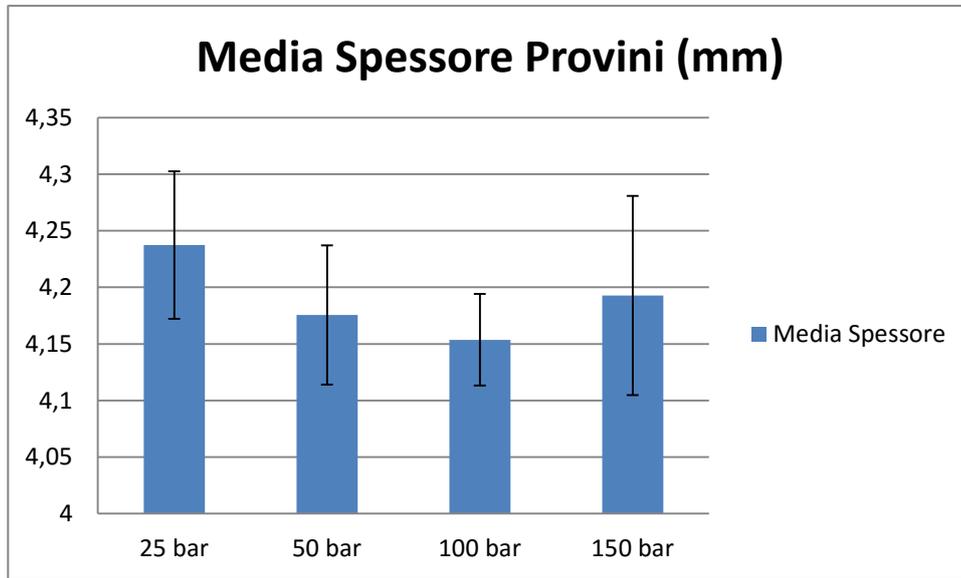
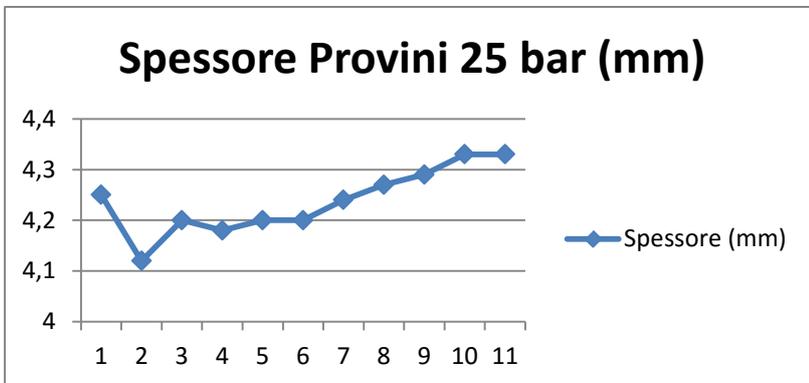


Grafico Spesso medio provini - Pressione con Deviazione Standard

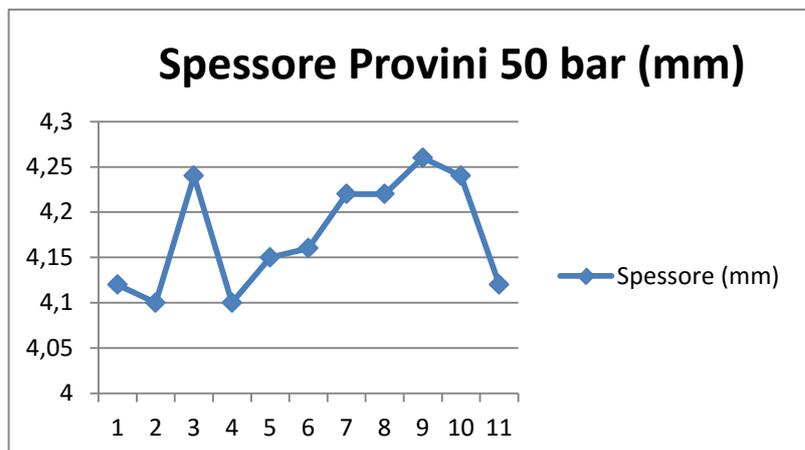
Dal grafico ottenuto tramite Excel si evince il risultato descritto sopra: la grande dispersione dei valori riportati per 150 bar di pressione porta la media degli spessori ad alzarsi e ad andare controtendenza rispetto a ciò che si potrebbe normalmente pensare, ovvero che più la pressione di progetto aumenta più lo spessore diminuisce.

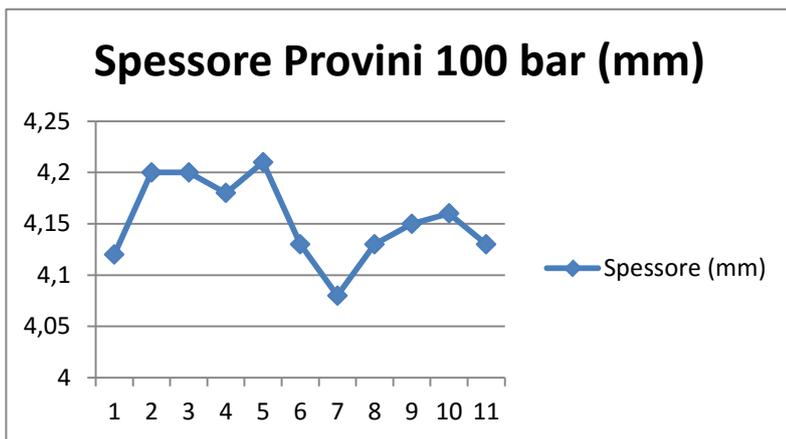
Di seguito sono riportati gli spessori dei singoli provini divisi per pressione di progetto.



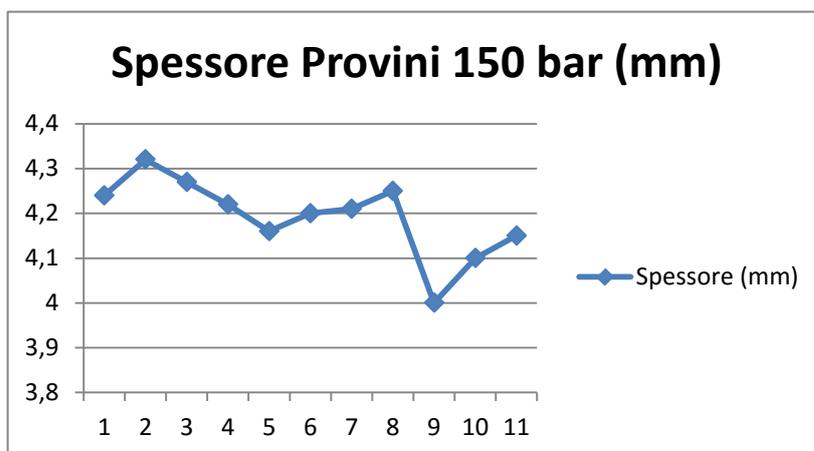
Andamento spessore provini 25 bar

Andamento spessore provini 50 bar





Andamento spessore provini 100 bar



Andamento spessore provini 150 bar

Le dimensioni dei provini seguono la normativa, ma non perfettamente: infatti nella tabella delle dimensioni ASTM D 3039/D 3039M viene indicato uno spessore che risulta essere differente da quello misurato sui provini. Questo perché nella produzione si è preso solo spunto dalla normativa per le dimensioni dei provini, in quanto le normative non si riferiscono ai chopped, i quali ammettono qualche modifica.

## 2.2 Analisi microstrutturale

La presenza di piccole sacche d'aria o vuoti all'interno della struttura dei provini induce un decremento della loro resistenza e facilita la formazione di cricche quando questi sono sottoposti a deformazioni di qualsiasi tipo. Per quanto si possa procedere accuratamente nella produzione di materiali compositi per SMC e nel processo successivo di stampaggio, sostanze volatili gassose come l'aria rimarranno comunque, seppure in minima quantità, intrappolate fra uno strato e l'altro di composizione dei provini.

Teoricamente la resistenza meccanica di un provino è inversamente proporzionale alla quantità di vuoti al suo interno e questo significa che un'analisi microstrutturale può dare alcuni indizi sul comportamento del materiale ancora prima che venga testato meccanicamente.

L'ipotesi che normalmente viene fatta è che all'aumentare della pressione, essendo il materiale composito all'interno dello stampo maggiormente schiacciato, diminuiscano i residui gassosi all'interno dei provini e quindi essi presentino minore percentuale di vuoti nella loro struttura: la validità di tale ipotesi può essere confermata o confutata tramite analisi microstrutturale.

### **2.2.1 Inglobamento dei provini**

La catalogazione dei provini è stata fatta dividendoli per pressioni: all'interno delle 4 famiglie di pressioni i provini sono stati contrassegnati da un numero da 1 a 11. Perciò ad ogni provino è stato dato un nome del tipo:

P + pressione di progetto + - + numero da 1 a 11

Es. P25-1

Prima di avviare l'analisi microstrutturale si procede con l'**inglobamento a freddo** dei provini. Questo processo consiste nell'inserire all'interno di una matrice resinosa un piccolo segmento di provino, che risulta essere protetto, facilmente manipolabile, ben conservato ma soprattutto viene predisposto nella maniera più efficace ad uno studio al microscopio.

La prima fase consiste nello scegliere 4 provini campione, ciascuno da una diversa famiglia di pressioni: generalmente si cercano i provini che abbiano sezioni con evidenti vuoti, visibili ad occhio nudo, lungo lo spessore.

I provini scelti sono:

- . P25-7
- . P50-3
- . P100.5
- . P150.1

Utilizzando la **troncatrice metallografica** è stata tagliata da ciascun provino la sezione di interesse (segmento di lunghezza circa 40 mm): i 4 segmenti così tagliati sono quelli che verranno successivamente inglobati.

La procedura di inglobamento prevede l'uso di uno stampo, nel presente caso cilindrico, in materiale plastico al cui interno si posizionano i segmenti di provino: si possono inglobare i provini singolarmente, a due a due o anche tutti insieme in base alla grandezza dello stampo e all'uso che ne si deve fare. Per questa analisi microstrutturale i segmenti di provino sono stati inglobati a coppie, 25-50 bar e 100-150 bar.



Troncatrice



Stampo

L'elemento base per l'inglobamento è la resina la quale viene preparata manualmente e poi versata nello stampino dove sono già stati posizionati i due campioni: è importante assicurarsi che i campioni non si inclinino durante la fase di versamento della resina, si possono quindi predisporre dei piccoli supporti in plastica per migliorare l'equilibrio.

La resina che è stata utilizzata è la DEMOTEC 20, preparata con un dosaggio di 1 parte liquida e 2 parti di polvere. Dopo essere stata versata nello stampo fino quasi alla sommità, il tutto viene messo all'interno di una propria pentola a pressione che può raggiungere i 4 o 5 bar. Il trattamento di indurimento della resina prevede la permanenza all'interno della pentola a pressione per circa 20 minuti ad una pressione di 2 bar. La reazione di indurimento della resina è esotermica.

## RESINE PER INGLOBARE A FREDDO

### DEMOTEC 15 - RESINA POLIESTERE RESISTENTE ALLA CORROSIONE

codice	descrizione
111022	DEMOTEC 15 conf. 1000 gr.
111023	DEMOTEC 15 conf. 500 ml.

### CAMERA A PRESSIONE PER RESINE TECHNO

codice	descrizione
111024	CAMERA A PRESSIONE PER RESINE TECHNO



### DEMOTEC 40 - RESINA COLOR GIALLO PER CALCHI

codice	descrizione
111017	DEMOTEC 40+INDURENTE conf. 1 Kg+ 500 ml

### DEMOTEC 10 - RESINA A 3 COMPONENTI COLOR BIANCO, INDUR. 10 MIN.

codice	descrizione
111005	DEMOTEC 10+INDURENTE conf. 1 kg + 500 ml+250ml

### DEMOTEC 20 - RESINA TRASPARENTE OPACA, INDURIMENTO 10 MIN.

codice	descrizione
111007	DEMOTEC 20 + INDURENTE conf. 1000 gr + 500 ml

### DEMOTEC 30 - RESINA COLOR VERDE CHIARO OPACA, INDURIMENTO 5 MIN.

codice	descrizione
111002	DEMOTEC 30 + INDURENTE conf. 1000 gr + 500 ml

### DEMOTEC 70 - RESINA CONDUTTRICE CARICATA CON CARBONE COLORE NERO

codice	descrizione
111010	DEMOTEC 70 + INDURENTE conf. 1000 gr + 500 ml

### DEMOTEC 33 - RESINA COLOR VERDE PER REPLICHE SOLUBILE IN ACETONE

codice	descrizione
111014	DEMOTEC 33 + INDURENTE conf. 1000 gr + 500 ml



Catalogo principali resine per inglobamento a freddo

Il risultato finale dell'inglobamento è un solido resinoso con all'interno posizionati parallelamente fra loro due parti di due provini ricavati a pressioni differenti. Normalmente la parte di spessore che sarà poi soggetta all'analisi microstrutturale viene posizionata rivolta verso il basso, sulla base dello stampo, in quanto su quella superficie la resina si compatta meglio rispetto alla superficie aperta all'aria.



Provini inglobati nella resina

## 2.2.2 Lucidatura dei provini inglobati

L'analisi al microscopio richiede una superficie più lucida possibile per garantire un'ottima qualità delle immagini catturate. Per lucidare i provini inglobati è necessario utilizzare la **lucidatrice**. La macchina è costituita da un perno rotante sul quale vengono montati i dischi (solitamente in acciaio) coperti con adesivi a diverse granulometrie, per asportare più o meno materiale durante la lucidatura.

Ogni passata deve rimuovere i graffi ed i segni lasciati dalla granulometria più bassa (carta abrasiva più ruvida) della passata precedente. La granulometria presenta dei valori basati sulla grandezza del grano del disco abrasivo: più i grani sono grossi più il valore di granulometria è basso. Il valore basato sulla grandezza del grano è la **rugosità**, misurata in micron ( $\mu\text{m}$ ).

Per lucidare i provini sono stati utilizzati 5 dischi abrasivi ed infine un panno su cui è stato spruzzato lo spray diamantato a struttura policristallina da 1 micron.



Lucidatrice

Valori granulometrici dischi utilizzati → 80, 240, 600, 1200, 2500, panno + spray diamantato.

L'ordine di utilizzo è quello indicato.

I provini inglobati vengono posizionati sui dischi con la superficie di interesse a contatto con essi.

La lucidatura è stata fatta manualmente applicando una leggera pressione in modo da garantire un contatto il più uniforme possibile all'interfaccia superficie provini – disco.

Ovviamente l'operazione di lucidatura viene fatta per lo spessore dei provini e non per la brillantezza della resina: perciò lo spessore del materiale composito inglobato deve essere

libero dalla resina e avere la superficie a contatto con l'aria così da poter essere lucidato sui dischi.

Il rubinetto serve per bagnare leggermente la superficie abrasiva per contenere il riscaldamento della resina per sfregamento.

### **2.2.3 Analisi al microscopio**

La struttura delle fibre, il loro orientamento (seppure casuale) ed i più piccoli vuoti all'interno del materiale non sono visibili ad occhio nudo. A tal proposito per avviare una analisi microstrutturale del materiale composito è necessario l'utilizzo di un **microscopio**.

Lo studio condotto si è limitato all'utilizzo di uno zoom 5x che ha permesso di distinguere perfettamente le zone fibrose da quelle resinose mettendo in evidenza i vuoti presenti nel materiale.

L'acquisizione di immagine è condotta mediante un obiettivo posto sulla sommità del microscopio che trasmette in tempo reale ogni spostamento dello zoom ottico sulla superficie di interesse direttamente al computer su cui si possono elaborare i dati tramite un software chiamato Motic Cam 2.0.

Tra le varie caratteristiche del programma vi è lo scatto istantaneo di una fotografia di ciò che in quel preciso momento si trova sotto lo zoom ottico del microscopio.



Esempio di immagine acquisita al microscopio

Nell'immagine riportata si distingue l'orientamento del tutto casuale delle fibre tagliate e le zone resinose: è presente anche un evidente vuoto contrassegnato da un colore scuro.

Lo scopo è quello di collezionare un numero di immagini tale da ricostruire per intero le 4 superfici dei provini inglobati utilizzando il programma di *stitching* fotografico MICE (Microsoft Image Composite Editor).

Per una maggiore validità della prova non ci si è limitati all'analisi delle 4 superfici in vista: dopo aver ricostruito il primo livello di superfici i provini inglobati vengono portati al tornio parallelo e vengono abbassati di 1 mm sul piano parallelo alle superfici di interesse, in modo da portare alla luce una nuova parte di materiale.

La tornitura però asporta completamente la parte lucidata, perciò è necessario ritornare alla lucidatrice e rifare l'operazione: successivamente si ricostruiscono nuovamente le 4 superfici al microscopio.



Differenza fra un provino lucidato ed uno appena tornito

Questo lavoro è stato fatto in totale 5 volte, il che significa (contando anche la prima lucidatura) che i provini inglobati sono stati abbassati di 4 mm mettendo in luce 5 diverse superfici ciascuno.

L'abbassamento progressivo dei provini permette di vedere quanto in profondità può arrivare un vuoto e il suo progressivo sviluppo all'interno del materiale, senza contare che svela il comportamento di fibre e matrice mano a mano che ci si spinge all'interno del composito: l'analisi microstrutturale mette in risalto le qualità e i difetti del materiale mostrando il suo comportamento interno.



Esempio di ricostruzione superficie al microscopio

## 2.2.4 Calcolo della percentuale di vuoti nei provini

La ricostruzione delle superfici al microscopio permette il calcolo, approssimativo, della percentuale di vuoti nel segmento di provino preso a campione, per ciascun gruppo di pressioni di processo. Questo permette una stima della qualità microstrutturale in relazione alla pressione a cui sono stati ottenuti i provini: consente inoltre di verificare se l'ipotesi, tale per cui all'aumentare della pressione di stampaggio le piastre in composito ottenuto per SMC risultano più compatte e con minore presenza di vuoti, è valida oppure no.

Il metodo per calcolare questa percentuale si basa sulla proporzione fra l'area reale della superficie analizzata e l'area fittizia calcolata con SolidWorks importando nel programma le immagini ricreate al microscopio delle intere superfici: SolidWorks permette infatti di calcolarne sia l'area totale sia quella dei vuoti. La proporzione sarà quindi del tipo:

$$A_R : A_{VR} = A_F : A_{FV}$$

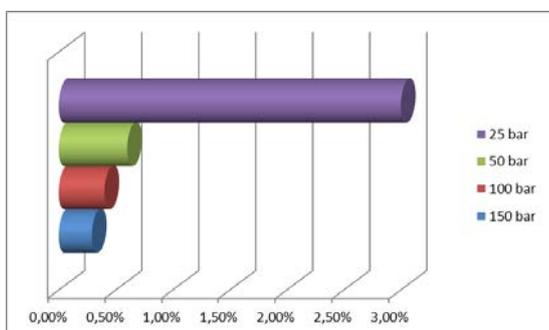
$A_R \rightarrow$  Area reale superficie

$A_{VR} \rightarrow$  Area reale vuoti

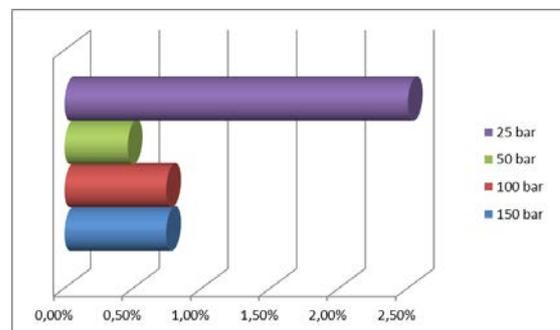
$A_F \rightarrow$  Area fittizia superficie calcolata con SolidWorks

$A_{FV} \rightarrow$  Area fittizia vuoti calcolata con SolidWorks

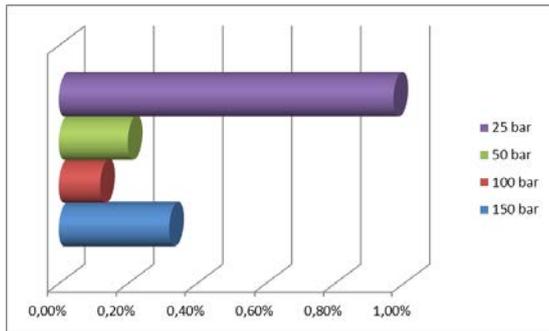
L'incognita è  $A_{VR}$  che può essere facilmente calcolata conoscendo gli altri tre valori. Una volta calcolata per ogni superficie a ciascun livello di abbassamento (*layer*) si calcola la percentuale sull'area reale. I layer da 0 a 4 indicano il progressivo abbassamento di 1 mm alla volta.



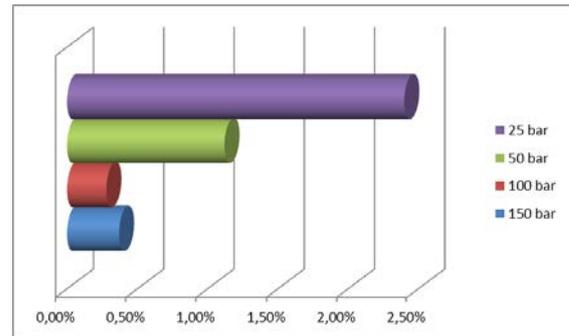
Layer 0



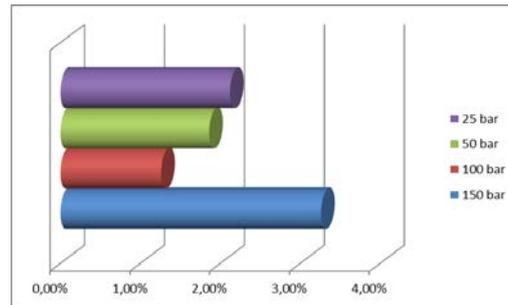
Layer 1



Layer 2



Layer 3



Layer 4

L'andamento che ci si aspetta è quello riportato nel grafico corrispondente al layer 0, ovvero quando i provini inglobati non sono ancora stati lavorati al tornio. Infatti le percentuali dei vuoti sulla superficie dei provini decresce all'aumentare del valore della pressione ad indicare una migliore qualità nel processo di stampaggio alle alte pressioni. Inaspettatamente però l'andamento cambia ai livelli più bassi in modo del tutto casuale, confermando un comportamento imprevedibile dei materiali compositi chopped a livello strutturale. Addirittura si ha una forte inversione di tendenza all'ultimo livello in cui a presentare la maggiore percentuale di vuoti è il campione preso dal provino prodotto alla pressione maggiore ovvero 150 bar: inoltre le percentuali all'ultimo livello crescono per tutti e 4 i campioni e questo potrebbe evidenziare una certa debolezza alle lavorazioni subite al tornio.

## 2.3 La prova di trazione

La **prova di trazione** consiste nel montare il provino, a sezione trasversale rettangolare costante, tra gli afferraggi di una macchina per test meccanici, in stato di tensione **monoassiale**. I provini ancora interi dopo l'analisi microstrutturale, che ne ha visti impiegati solo 4, sono stati provati meccanicamente tramite prova di trazione.

L'obiettivo prefissato è quello di determinare a quale pressione di stampaggio si producono i provini più resistenti al carico assiale. Le prove non sono però state condotte su tutti i provini nella loro intera lunghezza, in quanto è lecito pensare che in segmenti di provino più corti siano presenti meno difetti ed imperfezioni strutturali e quindi si comportino in modo diverso.

I test sono quindi stati effettuati su 3 tipi di provini di lunghezza differente: 250 mm, 125 mm, 80 mm (le quali corrispondono a provini nella loro interezza, tagliati a metà ed in tre parti).

### **2.3.1 Descrizione della macchina**

Le prove sono state condotte nel laboratorio hangar dell'Università di Bologna a Forlì utilizzando la macchina presente al suo interno: questa sfrutta un sistema idraulico con un pistone collegato all'afferraggio inferiore in modo da assicurare il carico di trazione verso il basso (essendo l'altro afferraggio fissato alla sbarra superiore fissa al telaio della macchina). I dati della macchina sono i seguenti:

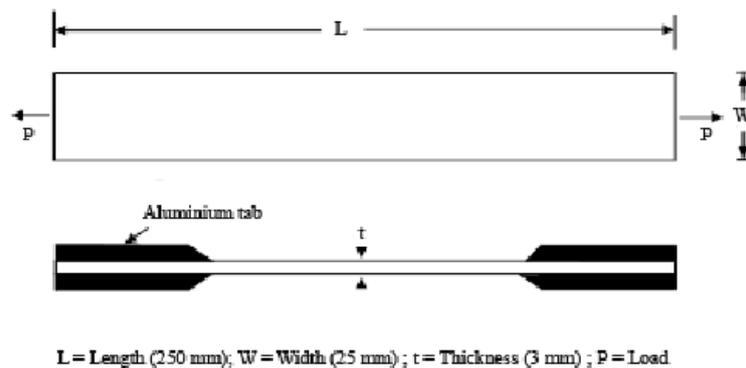
- . Tipo: FPF 100
- . N° serie: 105
- . Forza massima: 100 kN
- . Pressione di esercizio: 21Mpa
- . Corsa cilindro: 100 mm



Macchina per prova di trazione

### 2.3.2 Normativa ASTM D 3039/D 3039M

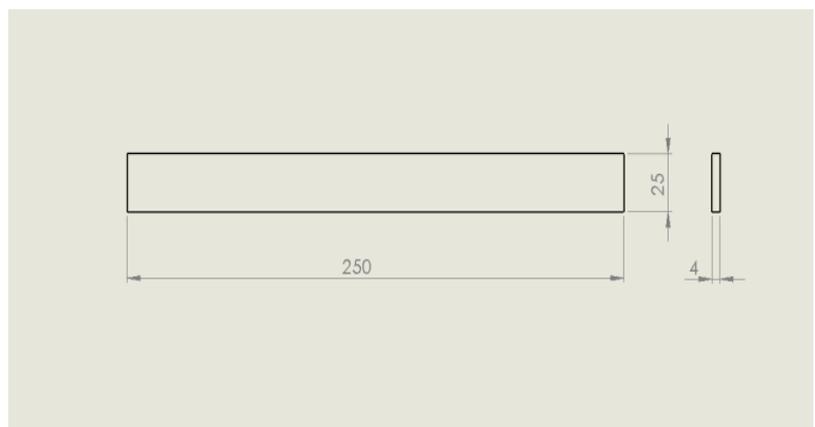
La normativa nella sua completezza è definita come: *Standard Test Method for Tensile Properties of Polymer Matrix Composite Materials*. I test vanno effettuati su provini che abbiano le dimensioni riportate in figura.



Provino per test di trazione secondo normativa ASTM D3039/D 3039M

Seguendo la normativa è possibile determinare le proprietà di trazione piana di un materiale composito a matrice resinosa polimerica rinforzato con fibre ad alto modulo. La ASTM D 3039/D 3039M riguarda però solo materiali caratterizzati da una struttura a fibre continue o discontinue ma con il laminato equilibrato e simmetrico rispetto alla direzione della prova. Perciò per i materiali compositi chopped è possibile solo prendere spunto dalla normativa in questione che comunque sia fornisce una valida linea guida per effettuare le prove di trazione.

I provini analizzati infatti rispettano le dimensioni della normativa in lunghezza e larghezza, ma non nello spessore: secondo la normativa lo spessore deve essere di 2,5 - 3 mm mentre quello dei provini chopped è in media di circa 4 mm.



Provino disegnato con SolidWorks

### 2.3.3 Estensimetri

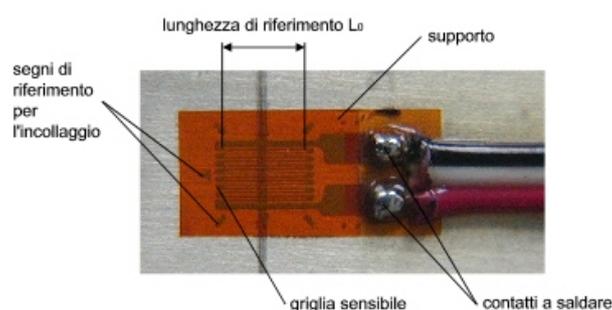
I provini posso essere strumentati con **estensimetri a resistenza** (*strain gage*), ovvero sensori precisi per la misura di deformazioni statiche e dinamiche. Il funzionamento è basato sul conduttore (leghe di rame o nickel) che costituisce il corpo dell'estensimetro ed è soggetto ad una deformazione lungo il suo asse la quale è convertita in una variazione di resistenza elettrica.

L'estensimetro viene applicato tramite **incollaggio** sulla superficie del provino (preferibilmente di basso modulo elastico così da non interferire nella trasmissione della deformazione all'interfaccia estensimetro – superficie) e la variazione di resistenza elettrica misurata è in diretta relazione con la deformazione subita dal materiale nell'area di applicazione dell'estensimetro e nella direzione assiale del conduttore.

La strumentazione dei provini avviene in diversi passaggi, il primo dei quali è la pulizia della superficie del materiale composito. Usando carta vetrata molto fine si asporta un piccolo quantitativo di materiale, preparando un'area di dimensione pari a circa quattro volte quella dell'estensimetro: successivamente quest'area viene pulita con qualche goccia di soluzione liquida basica e, per rimuovere la maggior parte dello sporco e di materiale residuo dopo la passata precedente, si asciuga con un foglio di carta assorbente avendo cura di asciugare agendo in un solo verso per non spandere i residui.

Il passo successivo è segnare con matita e righello la mezzeria della superficie del provino e stendere un sottile strato di colla nel punto in cui si intende applicare l'estensimetro: per il posizionamento si usa un pezzo di scotch adesivo, a cui viene assicurato l'estensimetro, che poi viene tolto con attenzione una volta che lo *strain gage* aderisce alla superficie.

Il cablaggio dell'estensimetro è fatto mediante stagnatura dei contatti.



Componenti estensimetro

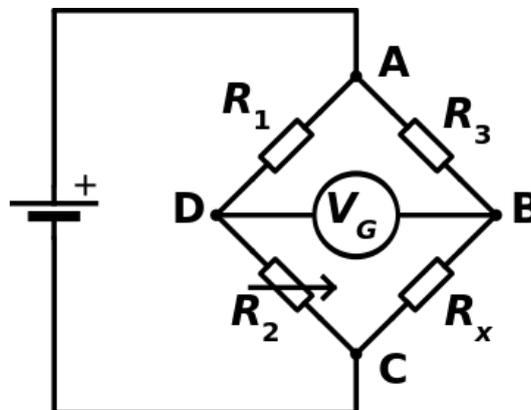
Per la prova di trazione sono stati strumentati quattro provini, uno per ciascun valore di pressione di progetto (25, 50, 100, 150 bar). Gli estensimetri utilizzati presentano una *grid resistance* pari a  $350.0 \pm 0.3\%$  ed un *gage factor* di  $2.110 \pm 0.5\%$  a temperatura ambiente.

MEME <sup>®</sup> MICRO-MEASUREMENTS		
FOR COMPLETE TECHNICAL DATA, VISIT WWW.VISHAYPG.COM		
GRID RESISTANCE IN OHMS		TC OF GAGE FACTOR, %/100°C
350.0±0.3%		(+1.3±0.2)
GRID	GAGE FACTOR @ 24°C	TRANSVERSE SENSITIVITY
1	2.110±0.5%	(+0.2±0.2)%
2		
3		
NOM		
THERMAL OUTPUT COEFFICIENTS FOR T16AL4V @ G.F. OF 2.00		
ORDER	FAHRENHEIT	CELSIUS
0	-3.31E+2	-1.37E+2
1	+7.50E+0	+8.51E+0
2	-4.81E-2	-1.25E-1
3	+1.01E-4	+5.43E-4
4	-6.44E-8	-6.76E-7
5		
FOIL LOT NUMBER		
A83AC800		
WORK ORDER NUMBER		
07300592		
2764782		

Proprietà estensimetri

Per ogni provino è stato applicato un estensimetro in direzione assiale e quindi in direzione del carico di trazione: l'estensimetro è collegato ad un **ponte di Wheatstone** per il campionamento di dati relativi al calcolo di deformazione e modulo di Young.

Il ponte di Wheatstone rappresenta uno strumento classico per la misura di resistenze di ordine medio: risulta formato da quattro resistenze, connesse in modo da realizzare una maglia con quattro lati e quattro vertici. Tra i due vertici opposti viene collegata una sorgente di alimentazione in corrente continua.



Schema ponte di Wheatstone

### 2.3.4 Preparazione dei provini

Lo svolgimento delle prove di trazione necessita l'applicazione di *tabs* nelle estremità dei provini che si troveranno strette all'interno degli afferraggi, per evitare che all'aumentare del carico i provini stessi scivolino facendo registrare dati non attendibili.

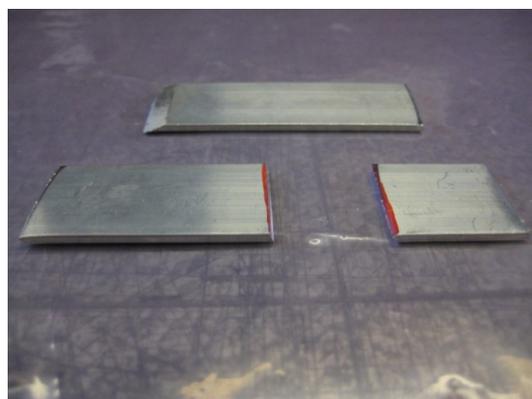
I *tabs* sono piccole piastre di alluminio che vengono dimensionate in relazione alla lunghezza ed alla larghezza dei provini: il loro scopo è quello di interporre una superficie fra provini e afferraggi in modo da assicurare una maggiore presa da parte di questi ultimi. L'applicazione dei *tabs* non è però affatto banale in quanto prevede un'accurata preparazione dei provini e dei *tabs* stessi: vengono posizionati a coppie per ogni estremità e questo vuol dire 4 *tabs* per provino.

Il calcolo del numero di *tabs* richiesti si fa in base alle dimensioni dei provini: infatti, nonostante non sia fondamentale rispettare al millimetro la dimensione trasversale, è importante lasciare una lunghezza utile di osservazione del provino durante la prova di trazione. Questo vuol dire che in direzione assiale i *tabs* non devono superare una certa lunghezza, dettata dalla lunghezza del provino in esame. Da questo deriva che per testare provini a tre diverse lunghezze occorreranno tre differenti tipi di *tabs*. La lunghezza minima osservabile, per evitare che i provini si rompano in prossimità della piastrina in alluminio e quindi degli afferraggi, è stata fissata a 30 mm, da cui si è proceduto con il calcolo delle tre diverse lunghezze dei *tabs*:

Provini 250 mm  $\rightarrow L_{\text{tabs}} = 70 \text{ mm} \rightarrow L_{\text{utile}} = 250 - (70 \times 2) = 110 \text{ mm}$

Provini 125 mm  $\rightarrow L_{\text{tabs}} = 45 \text{ mm} \rightarrow L_{\text{utile}} = 125 - (45 \times 2) = 35 \text{ mm}$

Provini 80 mm  $\rightarrow L_{\text{tabs}} = 25 \text{ mm} \rightarrow L_{\text{utile}} = 80 - (25 \times 2) = 30 \text{ mm}$



Tabs di tre lunghezze differenti

La loro geometria è piana e regolare e sono stati ricavati da una barra piatta a sezione rettangolare di spessore 2 mm: possono essere tuttavia lavorati ad un'estremità creando un profilo a cuneo che addolcisce le pressioni localizzate che altrimenti si formerebbero in prossimità degli spigoli, a 90° rispetto alla superficie del provino, dovute agli afferraggi durante la prova di trazione.

Il fissaggio dei *tabs* avviene per **incollaggio** sulla superficie dei provini mediante un adesivo strutturale epossidico composto da due fasi denominate **parte A** e **parte B**. La prima è un indurente che ha la consistenza di un gel e la seconda è una pasta molto viscosa a base epossidica: le due fasi miscelate compongono l'adesivo da applicare sulla superficie dei provini e dei *tabs*.

La preparazione necessita di una bilancia elettronica per rispettare le giuste proporzioni in massa delle due parti: per 100 g di pasta epossidica devono essere aggiunti 27 g di indurente. Mettendo il tutto in un contenitore di plastica si procede alla miscelazione manuale incontrando non poca fatica a causa dell'elevata viscosità della pasta epossidica: più le due fasi risultano miscelate più la viscosità diminuisce.

General Properties	Part B	Part A
Colour	Off-white	Red-orange
Base	Modified epoxy	Modified amine
Consistency	Thixotropic paste	Slight gel
Density	1.18 g / cm <sup>3</sup>	1.06 g / cm <sup>3</sup>
Solids	100 %	100 %
Viscosity <sup>(a)</sup>	1000 – 2000 Pas	10 – 25 Pas
Mix ratio by weight (by volume)	100 : 27 (100 : 30)	
Work life <sup>(b)</sup> at 23 ± 2 °C / Open Time	150 minutes / 20 minutes	
Strength build-up at 23 ± 2 °C		
Handling strength <sup>(c)</sup>	4-5 hours	
Full cure cycle	14 days at room temperature	
Packaging	Cans and pails	

<sup>(a)</sup> Brookfield RVF Spindle 7,2 Upm

<sup>(b)</sup> 50 g of mixed adhesive

<sup>(c)</sup> Time to reach 1 MPa Shear Strength



Two Part Structural Adhesive Scotch-Weld™ 9323 B/A

Data sheet informazioni di trattamento colla tabs

Prima di applicare l'adesivo strutturale è necessario pulire attentamente le superfici dei provini e dei *tabs* di alluminio usando carta vetrata fine ed alcol isopropilico: la passata con la carta vetrata viene fatta a 45° rispetto all'asse in modo da favorire l'aderenza della colla al momento dell'applicazione dei *tabs*.

Il *work time* è relativamente breve poiché si rapprende molto velocemente a temperatura ambiente: questo da un lato è un bene perché ne facilita l'applicazione altrimenti davvero complessa per via delle superfici lisce e della bassa viscosità dell'adesivo una volta miscelate le due parti. Lasciandola solidificare per qualche minuto all'aria risulta essere molto più lavorabile: è necessario però prestare attenzione e lavorare velocemente perché in un tempo molto breve (meno di 2 ore) la colla solidifica completamente diventando del tutto inutilizzabile.

La proprietà più importante della colla e che in questo caso ne determina la scelta è la **resistenza a taglio** in quanto nella prova di trazione è la sollecitazione che più influisce all'interfaccia provino – *tabs*.

#### Product Performance

The following data show typical values obtained with Scotch-Weld™ 9323 B/A on unprimed, sulfochromic etched, 2024 T3 aluminium. The samples have been cured for 15 days at room temperature, if not stated otherwise. To control the bond line thickness, approximately 1 wt. % of glass beads, 90 – 150 µm diameter were added to the adhesive.

Mechanical Properties	Test Temperature	Cured for 15 days at 23 °C	Cured for 2 hours at 65 °C
Overlap Shear Strength EN 2243-1	-55 °C	38 MPa	42 MPa
	23 °C	36 MPa	40 MPa
	80 °C	22 MPa	22 MPa
	120 °C	4 MPa	4 MPa
	150 °C	2 MPa	-
Overlap Shear Strength EN 2243-1	Stainless steel	23 °C	-
	CFRP, GFRP epoxy matrix resin	23 °C	27 MPa
	PMMA	23 °C	28 MPa <sup>(d)</sup>
Floating Roller Peel Strength EN 2243-2	-55 °C	120 N / 25 mm	90 N / 25 mm
	23 °C	170 N / 25 mm	190 N / 25 mm
	80 °C	145 N / 25 mm	145 N / 25 mm
	Impact Resistance ANFOR NF 76-115	23 °C	17,4 kJ / m <sup>2</sup>

<sup>(d)</sup> Substrate Failure

Proprietà della colla dal data sheet

Supponendo che al provino sia applicato un carico trazionale pari a  $F$  ad ogni estremità, questa  $F$  si scarica su ogni coppia di *tabs* e quindi  $F/2$  su ciascuno. La colla deve avere quindi una resistenza a taglio tale da far fronte a questo carico.

$\tau$  : resistenza a taglio

$$F/2 = \tau \times L1 \times W$$

$L1, W$  : dimensioni *tab*

Ipotizzando di raggiungere un carico massimo di 25 kN durante la prova, si possono dimensionare i *tabs* conoscendo la  $\tau$  della colla o viceversa.

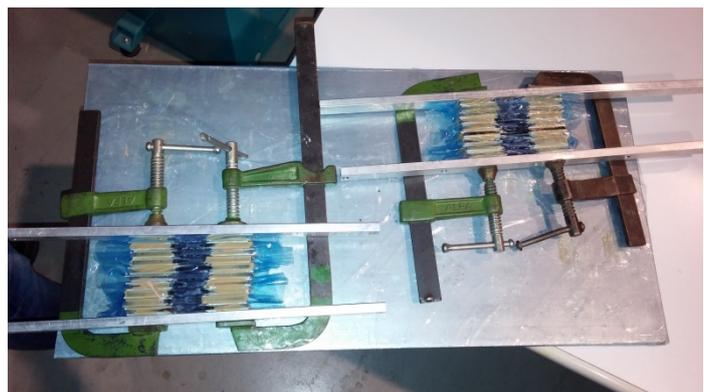
Per un carico di 25 kN e una  $\tau$  di 40 Mpa come quella assicurata dalla colla secondo uno specifico trattamento si ottiene che la lunghezza minima dei *tabs* di 12,5 mm. Il dimensionamento fatto è quindi corretto in quanto la lunghezza di quelli applicati ai provini di 80 mm è 25 mm e sono i più piccoli prodotti.

A questo punto dopo aver lucidato le estremità dei provini ed i *tabs*, una volta composta la colla, si procede all'incollaggio: chiaramente l'alluminio a contatto con la superficie dei provini tende a slittare in qualsiasi direzione e per questo è necessaria una particolare attenzione nel posizionamento dei *tabs*. Per assicurarsi le migliori performance da parte della colla si deve seguire alla lettera il trattamento indicato sul *data sheet*.

Nel presente caso i provini già preparati sono stati stretti in diverse morse e, tenuti insieme ordinatamente per mezzo di due barre di acciaio a sezione rettangolare in modo da pressarli uniformemente l'uno contro l'altro ed assicurarsi l'immobilità dei *tabs* durante il trattamento, vengono singolarmente avvolti in una carta film apposita su cui la colla non ha effetto per evitare fuoriuscite. L'insieme è stato messo in autoclave per il trattamento richiesto dalla colla e tenuti al suo interno per un tempo di circa 2 ore ad una temperatura di 65°C.



Autoclave



Provini all'interno della morsa

Prima del trattamento è stata controllata la *glass transition temperature* ( $T_g$ ) del materiale composito che risulta essere di 130°C e quindi è stato possibile procedere.

Una volta completato il trattamento i provini sono pronti per essere testati a trazione alla macchina.

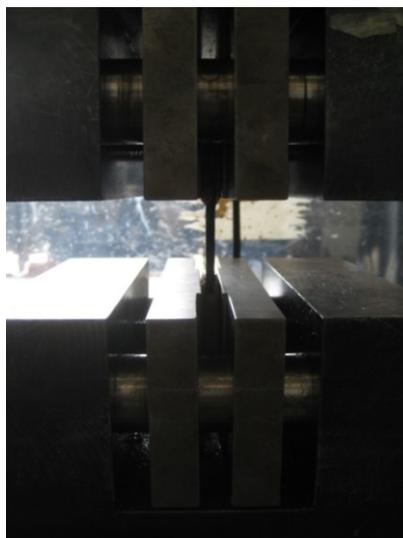


Alcuni provini da 250 mm con *tabs*

### **2.3.5 Conduzione della prova**

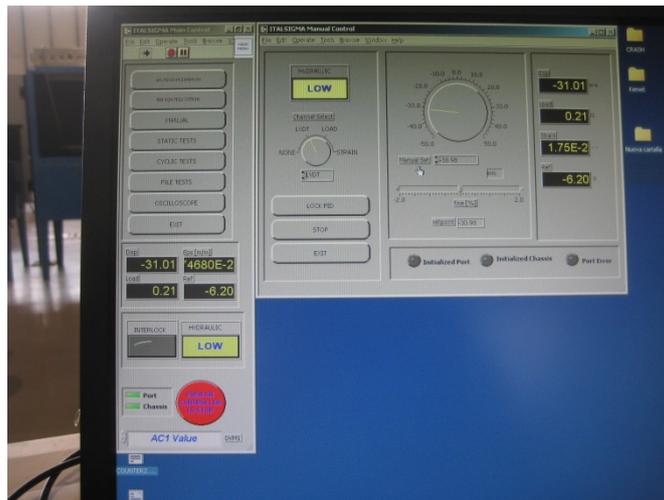
Una volta preparati, a gruppi in base alle diverse lunghezze, i provini sono stati analizzati a trazione, prima i più lunghi da 250 mm poi quelli da 125 mm e successivamente quelli da 80 mm.

Ogni provino viene montato singolarmente e prima di far partire la prova è necessario assicurarsi che sia ben stretto tra gli afferraggi: per ciascun provino infatti si deve controllare la perfetta assialità rispetto alla macchina ed il corretto posizionamento degli afferraggi che possono facilmente ruotare durante la fase di serraggio dei bulloni che li stringono ai rispettivi perni e comportare un andamento errato della prova.



Provino fissato negli afferraggi e pronto per essere testato

Tramite il quadro di controllo della macchina è possibile regolare la posizione dell'afferraggio inferiore direttamente collegato al pistone idraulico che si trova all'interno del cilindro nella parte bassa della macchina: potendone controllare la posizione è possibile inserire e togliere i provini prima e dopo la prova assicurandosi di testarli tutti dallo stesso punto di partenza nelle medesime condizioni.



Quadro di comando per il posizionamento del pistone

Prima di iniziare la prova inoltre è necessario impostare la velocità con cui l'afferraggio inferiore si sposterà (0,0167 mm/s per le prove condotte) ed il numero di dati campionati al secondo, nel caso delle prove effettuate un campionamento a 10 Hz.

Risulta possibile anche inserire in input alla macchina il valore della corsa del pistone massima in millimetri oltre la quale la prova viene interrotta in automatico.

Una volta partita la prova comincia a delinearsi il grafico Carico-Spostamento (kN-mm) relativo al provino in esame.

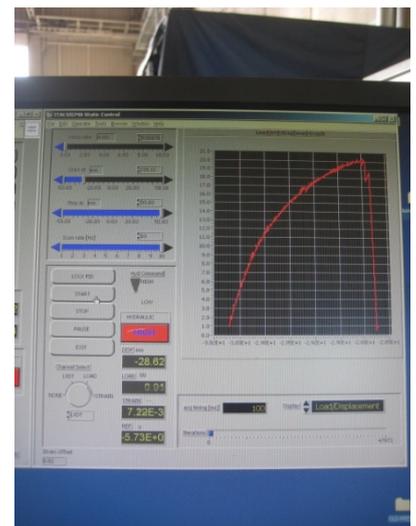


Grafico carico-spostamento

Le prove sono di tipo **distruttivo** e questo comporta l'interruzione del test solo quando si raggiunge il carico di rottura ed il provino di conseguenza si rompe. La prova risulta valida se la rottura avviene nella parte di lunghezza utile: se il provino si rompe in prossimità degli afferraggi si potrebbe pensare che la rottura sia dovuta all'eccessivo serraggio dei bulloni oppure alla concentrazione di pressione indotta dagli spigoli dei *tabs*. Per essere considerata valida la prova deve svolgersi in maniera lineare, senza slittamenti e portare a rottura il provino all'incirca a metà della sua intera lunghezza.



Rottura composta del provino in mezzeria

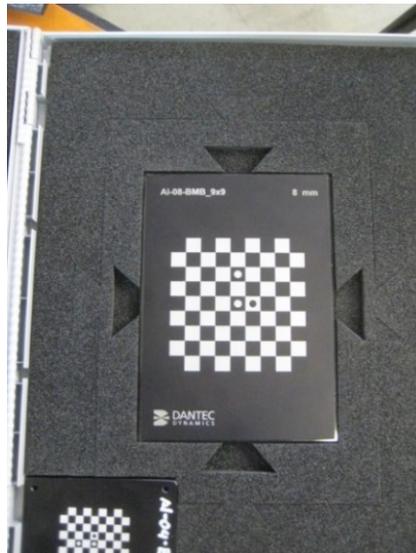


Rottura con distacco delle due parti del provino

### **2.3.6. Digital Image Correlation**

La D.I.C. sfrutta un potente software per la cross-correlazione di immagini: nel caso della trazione la Digital Image Correlation è utilizzata per, come è espresso chiaramente nel nome, correlare due immagini differenti di uno stesso punto del provino in due momenti distinti della prova per mettere in luce la variazione di posizione del punto in esame e quindi la deformazione del materiale.

Il software divide la superficie del provino in caselle come se fosse una matrice: successivamente all'interno di ogni casella riconosce un certo numero di punti del provino i quali saranno monitorati durante la prova meccanica, sfruttando una telecamera ed un numero elevato di led.

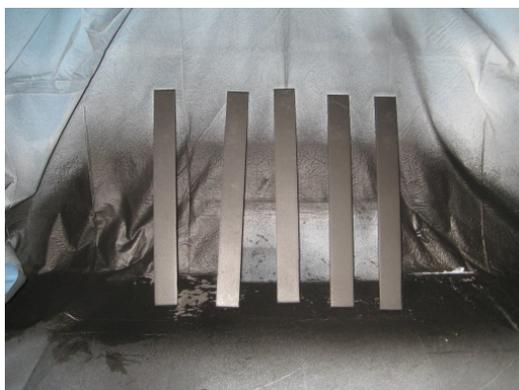


Scacchiera di calibrazione

Per poter passare dalle coordinate reali di un oggetto posizionato alle coordinate virtuali del sensore che lo acquisisce (e viceversa) è necessario stimare in modo preciso i parametri intrinseci della telecamera: la procedura di calibrazione richiede l'utilizzo di un riferimento noto, nel nostro caso una scacchiera da acquisire con il nostro sensore in differenti posizioni. Per ogni posizione se ne individuano i vertici la cui posizione reale è nota e si usano per legare coordinate reali e coordinate virtuali.

Per far sì che il software possa riconoscere i punti del provino è necessario inizialmente spruzzare quest'ultimo con della vernice nera nebulizzata e successivamente con della vernice bianca in modo che risulti una colorazione a pallini sulla superficie del provino.

Dopodiché viene preparata la macchina con i giusti afferraggi e si dà il via alla prova: l'acquisizione delle immagini tramite il software è fatta manualmente, acquisendo normalmente circa 50 foto in una prova di circa 2 minuti.



Provini verniciati di nero



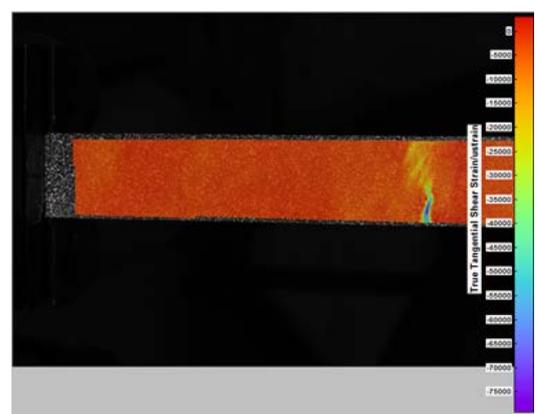
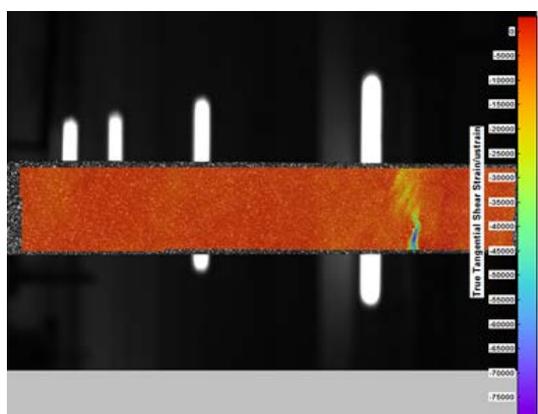
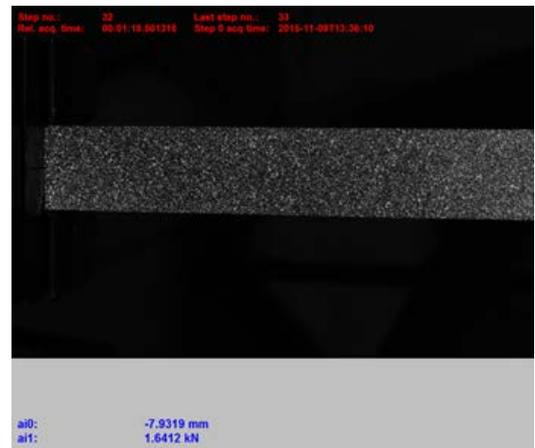
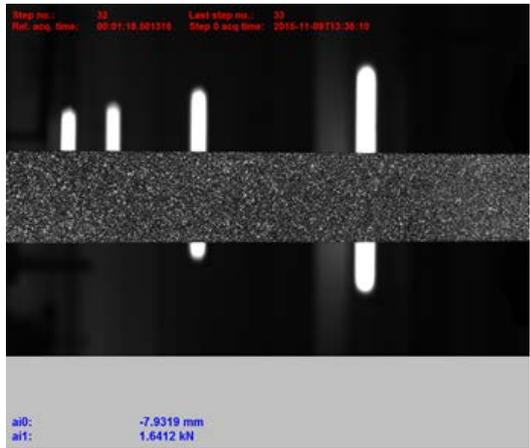
Provini spruzzati con vernice bianca a pallini

Il software consente poi di elaborare le immagini acquisite associando diverse intensità di colori alle tensioni a cui il provino è soggetto (tensione principali, tensioni a taglio ecc.)  
In questo lavoro non sono state calcolate le deformazioni tramite D.I.C. ma sono state acquisite ed elaborate le immagini salienti della prova riferite ai momenti della rottura dei provini ed anche qualche istante prima, in modo da evidenziare la formazione delle cricche che hanno poi portato alla rottura del materiale. Vengono riportati nelle immagini il carico e lo spostamento nell'istante considerato, così da poter essere individuato graficamente.

### Tensioni tangenziali a taglio

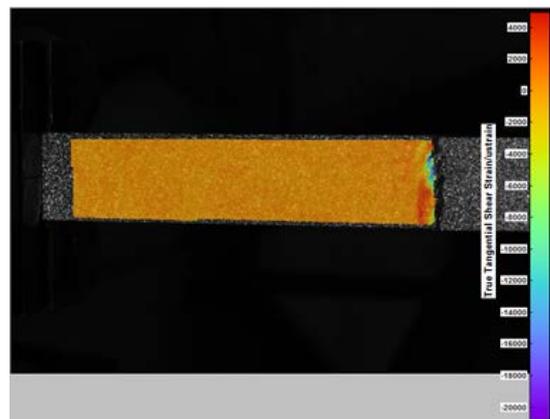
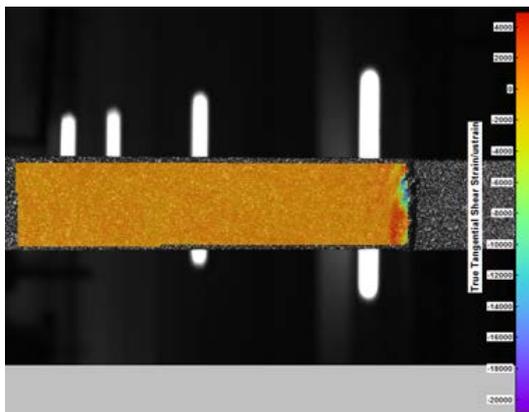
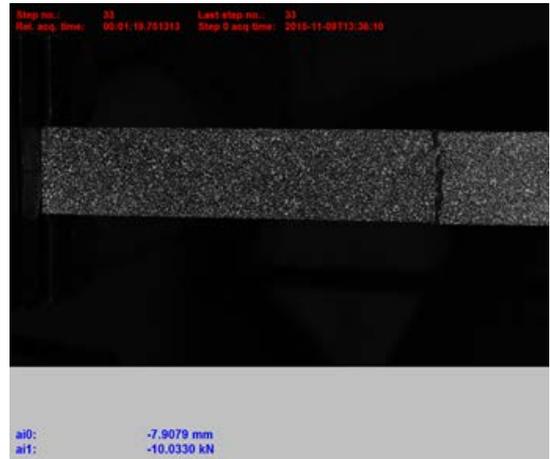
Step 32 / 33

Un istante prima della rottura.



Step 32: provino sottoposto al massimo stress tangenziale di taglio prima della rottura

# Step 33/33 Finale Rottura



Step 33: rottura del provino

# CAPITOLO 3

## Risultati

Per determinare in quali condizioni il materiale composito ottenuto per SMC risulta essere più resistente è necessario elaborare i dati campionati tramite la prova di trazione.

Per ogni provino, la macchina ha fornito in output un file con all'interno diversi valori divisi per colonne: il tempo della prova, il carico applicato progressivamente e il parametro LVDT che si riferisce alla posizione istantanea, al momento dell'acquisizione, del pistone idraulico.

Dato che la quasi totalità dei provini non è stata strumentata con estensimetri o estensometri è possibile risalire soltanto al carico di rottura ed al carico massimo misurato per ogni provino: i due valori vengono descritti separatamente in quanto non è sempre vero che coincidano. Infatti può accadere che il materiale raggiunga un carico massimo ( $F$ ) che porta alla propagazione di una cricca all'interno del provino che ne comporta un decremento di carico istantaneo che però non porta alla completa rottura: si osserva infatti un successivo incremento del carico che però potrebbe rompere il provino prima di tornare al valore  $F$  precedentemente misurato. In questo caso si avrebbe un carico di rottura diverso da quello massimo.

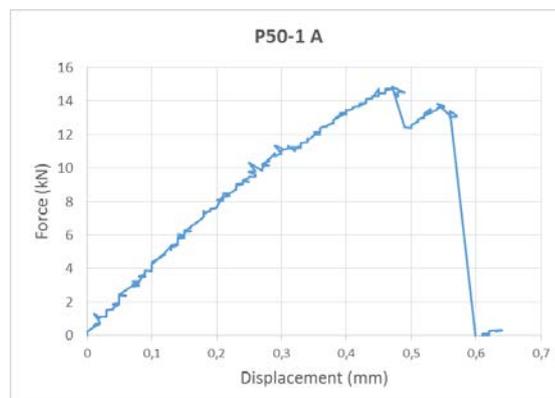


Grafico Carico - Spostamento che mostra la differenza fra il carico massimo e quello di rottura

Un esempio lampante è riportato nel grafico Carico – Spostamento in cui si evince una prima micro rottura del provino ad un carico applicato di circa 15 kN, ma la rottura completa arriva ad un carico di circa 13,8 kN.

I valori di spostamento misurati si riferiscono alla macchina e non all'allungamento del provino: purtroppo però sono dati che non possono essere utilizzati poiché scarsamente precisi. Infatti lo spostamento misurato tiene conto di piccoli slittamenti del provino all'interno degli afferraggi, di spostamenti degli afferraggi stessi durante l'applicazione del carico ed anche di irregolarità presenti nel movimento del pistone: nelle condizioni reali quindi la macchina non misura uno spostamento lineare e pulito.

I provini strumentati permettono il calcolo del Modulo di Young del materiale composito: gli estensimetri con cui sono stati equipaggiati sono di tipo lineare, ovvero progettati per misure di deformazione in una singola direzione e composti da una singola griglia.

I dati fondamentali forniti dal collegamento dell'estensimetro con il ponte di Wheatstone durante la prova di trazione sono:

- . tensione  $\sigma$
- . deformazione  $\epsilon$  misurata in  $\mu\text{m}/\text{m}$

Risulta possibile determinare il Modulo di Young del materiale composito tramite la relazione:

$$\sigma = E * \epsilon$$

doendo però prestare attenzione alla trasformazione di  $\epsilon$  da  $\mu\text{m}/\text{m}$  in adimensionale dividendo per un fattore  $10^6$ .

I dati campionati, prima di essere elaborati, sono stati tutti presi in considerazione previo spostamento dei valori a partire da 0; si può decidere o meno di omettere i valori negativi per una maggiore pulizia del grafico.

Nei paragrafi successivi verranno riportati grafici e dati elaborati al fine di individuare, se ne esiste uno, quale gruppo di provini (a livello di pressioni di processo) presenta le migliori proprietà meccaniche. L'analisi dati può essere condotta mantenendo costante la lunghezza e facendo

variare la pressione di processo dei provini testati oppure viceversa raggruppando tutti i dati ottenuti facendo variare la lunghezza e tenendo costante la pressione.

### 3.1 Provini di lunghezza massima

I provini sono lunghi 250 mm (in accordo con ASTM D3039/D3039 M) e sono stati testati in condizioni ambiente standard ( $T=20^{\circ}\text{C}$ ) ad una velocità di 1 mm/min esprimibile come 0,0167 mm/sec e campionando con un frequenza di 10 Hz. Il numero di provini interi testati è 21.

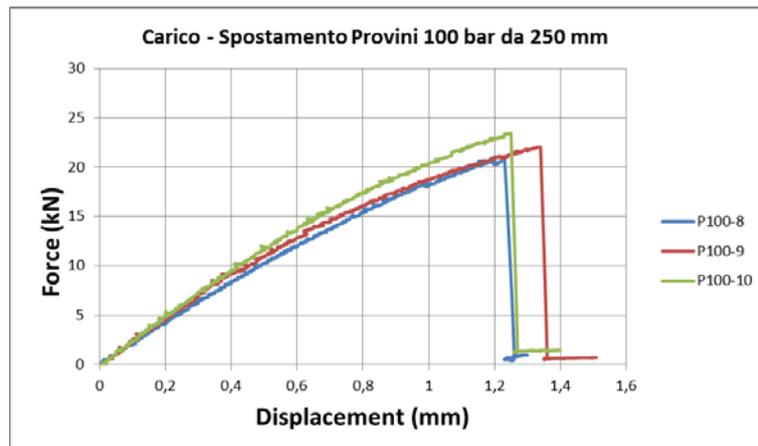


Grafico Carico - Spostamento per i provini da 100 bar di 250 mm

Per ogni provino di 250 mm è possibile ricavare un grafico carico-spostamento il quale indica il carico massimo sostenuto dal provino.

Raccogliendo tutti i carichi massimi registrati è possibile una doppia rappresentazione, entrambe facendo variare le pressioni per fare un confronto.

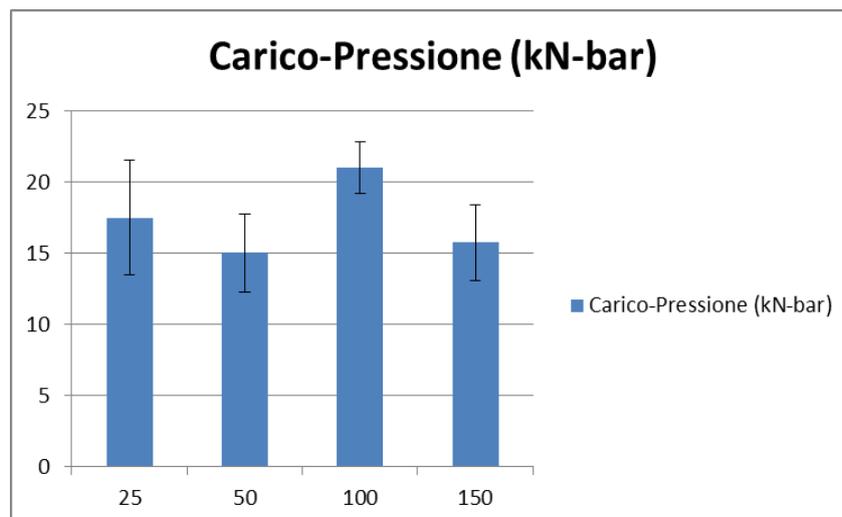


Grafico Carico medio - Pressione per provini da 250 mm con Deviazione Standard

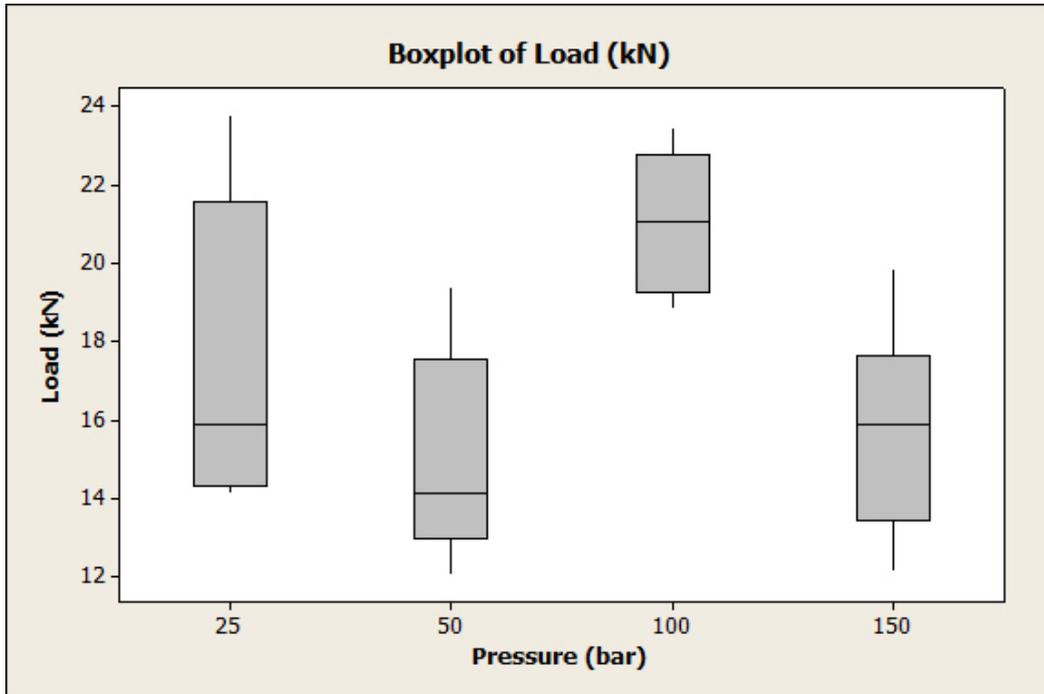


Grafico boxplot Carico medio - Pressione per provini da 250 mm: rileva la dispersione dei dati

La prima rappresentazione, eseguita con Excel, riguarda le medie aritmetiche dei carichi massimi ottenuti per i provini di lunghezza 250 mm alle 4 diverse pressioni ed è completa delle deviazioni standard dei valori campionati.

La seconda rappresentazione riguarda lo stesso gruppo di valori misurati, ma raffigurati in modo diverso: il programma Minitab con il quale è stato ottenuto il grafico permette di rappresentare i valori in quartili.

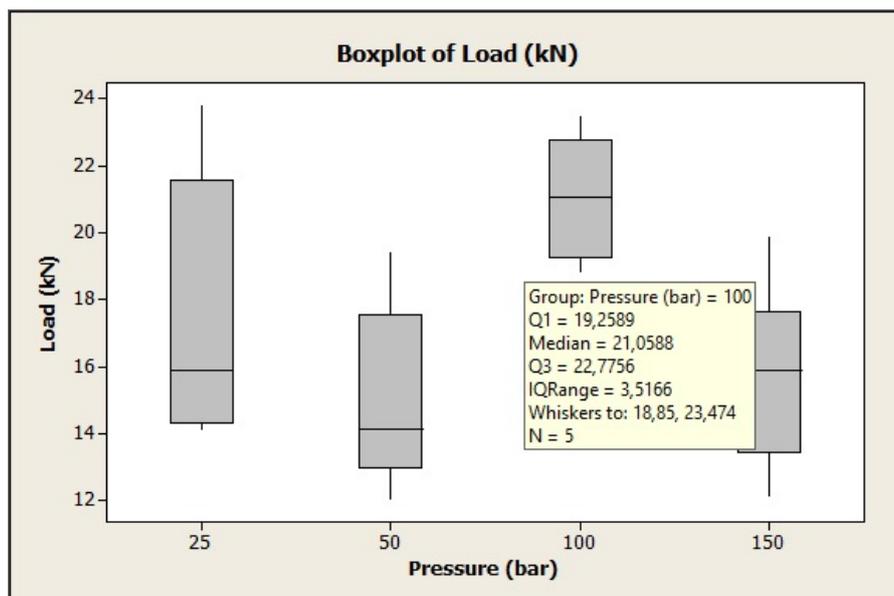


Grafico boxplot per provini da 250 mm con i valori quartili, IQRRange e mediani raffigurati

Il valore più basso all'interno di un box è chiamato Q1 mentre quello più alto è chiamato Q3: il 25% dei valori campionati è pari o inferiore a Q1, il 50% è pari o inferiore alla mediana raffigurata orizzontalmente all'interno del box, il 75% è pari o inferiore a Q3.

Le linee verticali al di fuori dei box sono dette *whiskers* e rappresentano rispettivamente il valore più alto e quello più basso dei valori di carico campionati, a condizione che questi stiano all'interno di un determinato intervallo:

*Lower Limit:*  $Q1 - 1.5 (Q3 - Q1)$

*Upper Limit:*  $Q3 + 1.5 (Q3 - Q1)$

Perciò un grafico *boxplot* non rappresenta un confronto fra le medie aritmetiche ma un confronto fra le distribuzioni dei valori analizzati.

Viene indicato come *IQR* (*Interquartile Range*) la differenza Q3-Q1 che individua l'ampiezza dell'intervallo del box rappresentato e quindi la dispersione dei dati.

Dalle due analisi distinte emerge che i provini, testati nella loro intera lunghezza, prodotti ad una pressione di 100 bar resistono maggiormente al carico di trazione, facendo registrare valore medio e mediano di carico superiore ai provini prodotti alle altre pressioni, per giunta con una dispersione più bassa il che mette in luce un comportamento più omogeneo del materiale.

I provini strumentati sono stati tutti testati nella loro intera lunghezza di 250 mm e tramite i valori di tensione e deformazione si è potuto risalire ad una stima del Modulo di Young del materiale.

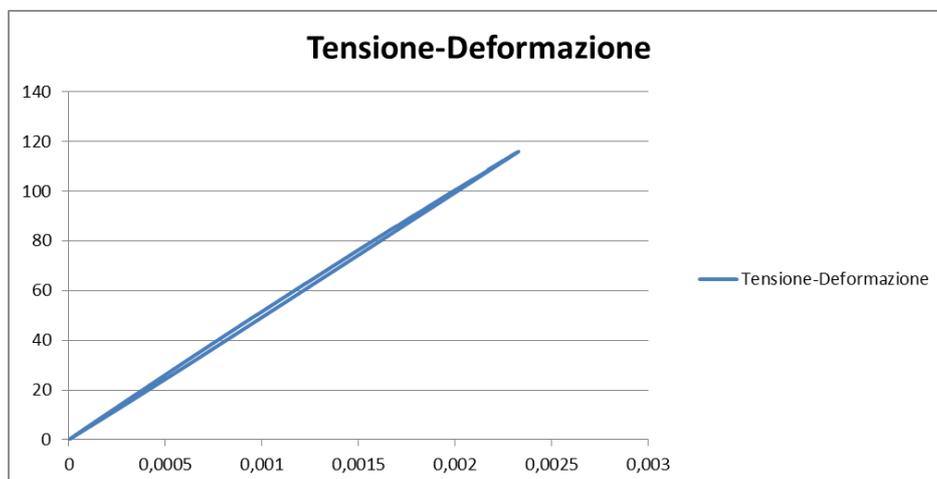


Grafico Tensione - Deformazione ottenuto tramite valori acquisiti dall'estensimetro

I provini strumentati hanno riportato quattro diversi valori del Modulo di Young, calcolati utilizzando la massima tensione e la massima deformazione registrate:

- . 25 bar → 45,2 Gpa
- . 50 bar → 43,1 Gpa
- . 100 bar → 44,9 Gpa
- . 150 bar → 49,7 Gpa

Questo significa che il materiale composito ha un Modulo di Young di circa 45 Gpa.

### 3.2 Provini di lunghezza media

I risultati proposti in questo paragrafo riguardano le prove di trazione eseguite sui provini di lunghezza 125 mm, alla stessa velocità di quelli da 250 mm, stesse condizioni ambientali e stessa frequenza di campionamento. Il numero di provini testati è 19 (5 da 25,50,100 bar e 4 da 150 bar).

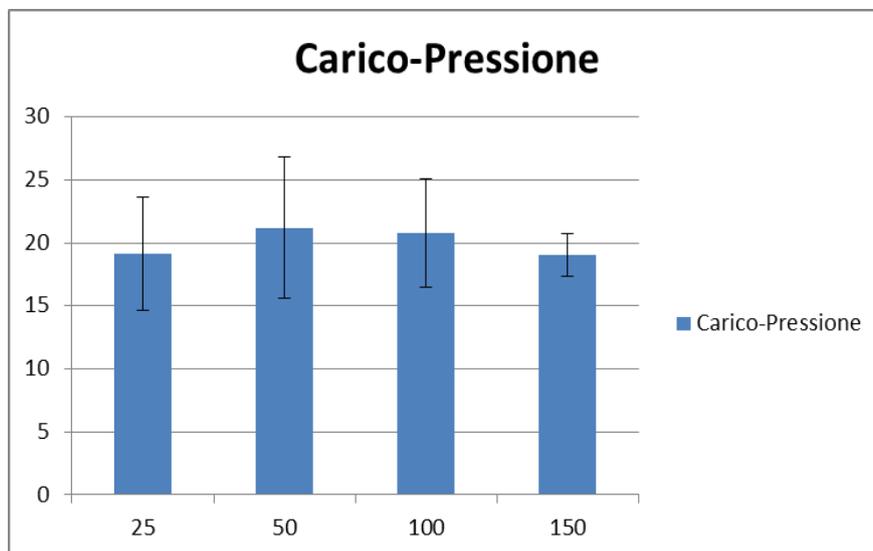


Grafico Carico medio - Pressione per provini da 125 mm con Deviazione Standard

I carichi massimi medi sono decisamente più uniformi rispetto ai test eseguiti sui provini interi e si evince un comportamento molto simile del materiale alle 4 diverse pressioni di progetto: la minore lunghezza dei provini però comporta la minore presenza di difetti e bolle nella struttura e quindi un innalzamento globale della resistenza media.

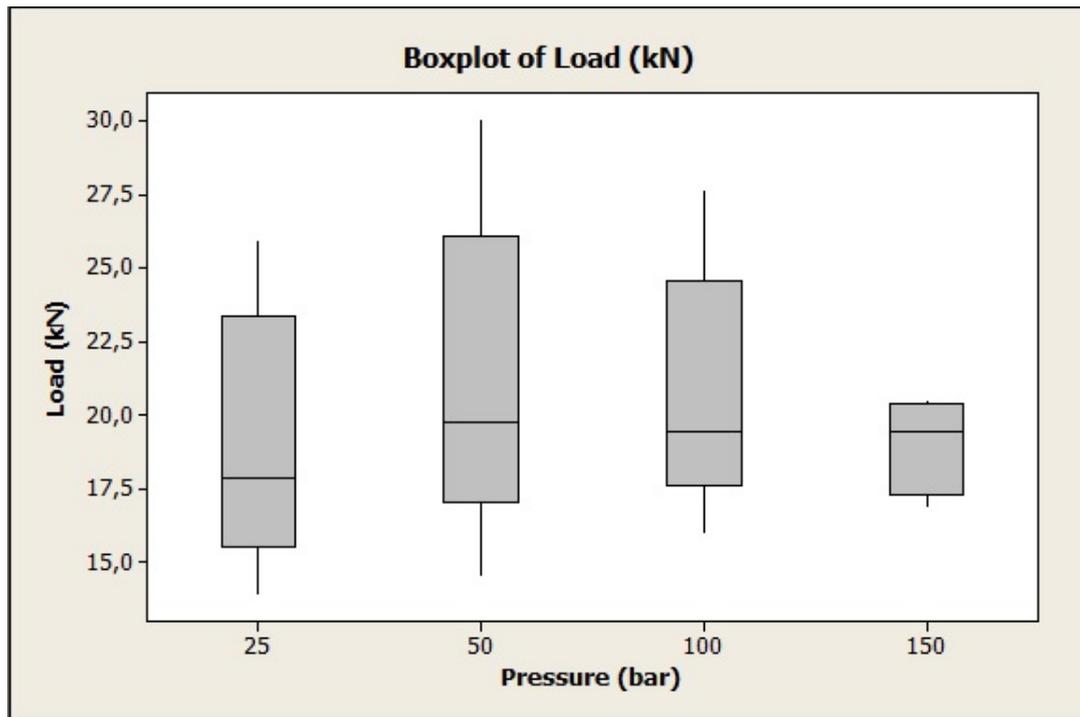


Grafico Boxplot Carico - Pressione per provini da 125 mm

La dispersione dei carichi misurati è molto elevata ma i valori mediani sono molto simili, attorno ai 19,5 kN. La *central tendency* risulta quindi marcata e di valore decisamente più alto rispetto ai provini da 250 mm.

Si nota come un provino da 125 mm ottenuto con una pressione di processo di 50 bar abbia registrato un carico massimo di circa 30 kN, decisamente sopra la media: probabilmente in quella metà di provino la presenza di vuoti o difetti era notevolmente bassa rispetto agli altri e questo ha permesso al materiale di resistere ad un carico superiore del 50% sul valore medio.



Provini da 250 mm 125 mm a confronto

### 3.3 Provini corti

I provini da 80 mm sono stati testati nelle stesse condizioni degli altri due tipi di lunghezza differente: sono state eseguite 27 prove (7 da 25, 50 e 100 bar e 6 da 150 bar).

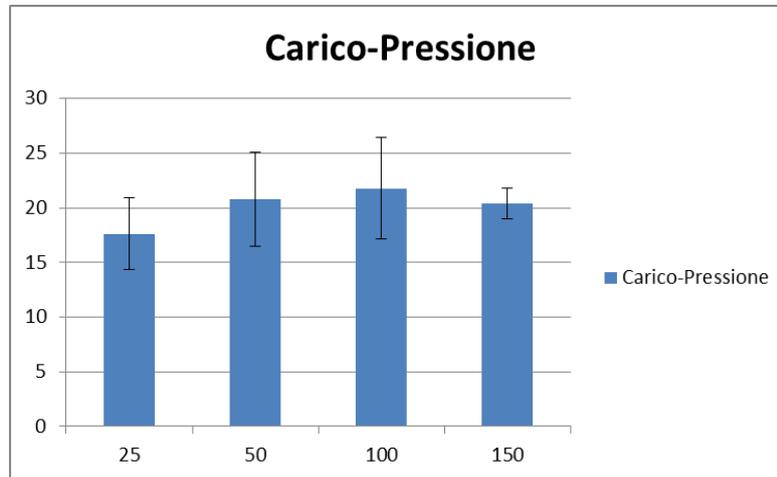


Grafico Carico medio - Pressione per provini da 80 mm con Deviazione Standard

L'andamento dei carichi medi rimane abbastanza uniforme ed i valori crescono lievemente sui provini da 50,100 e 150 bar mentre calano su quelli da 25 bar il che denota una assoluta percentuale di vuoti maggiore.

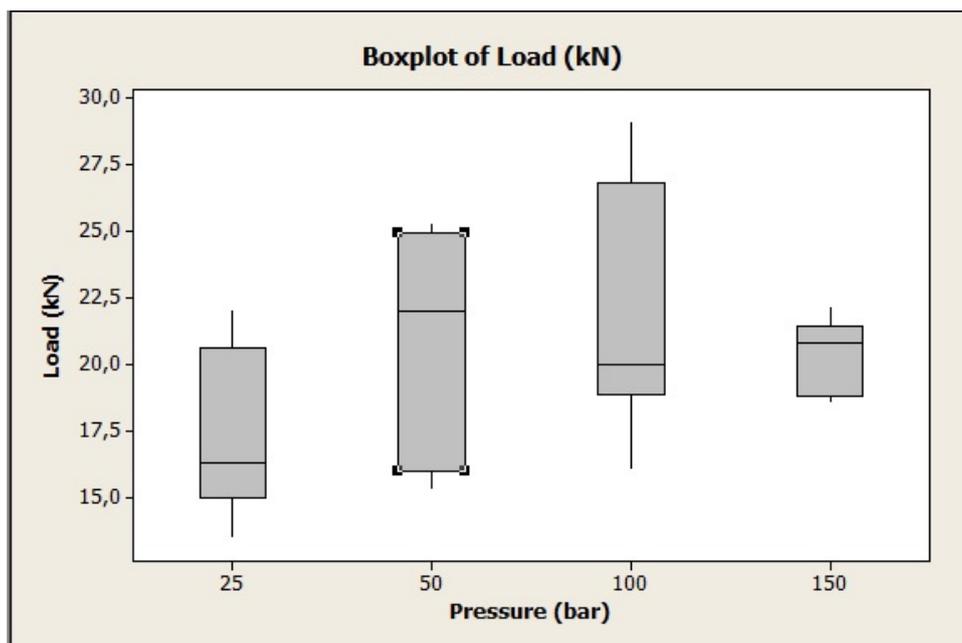


Grafico boxplot Carico medio - Pressione per provini da 80 mm

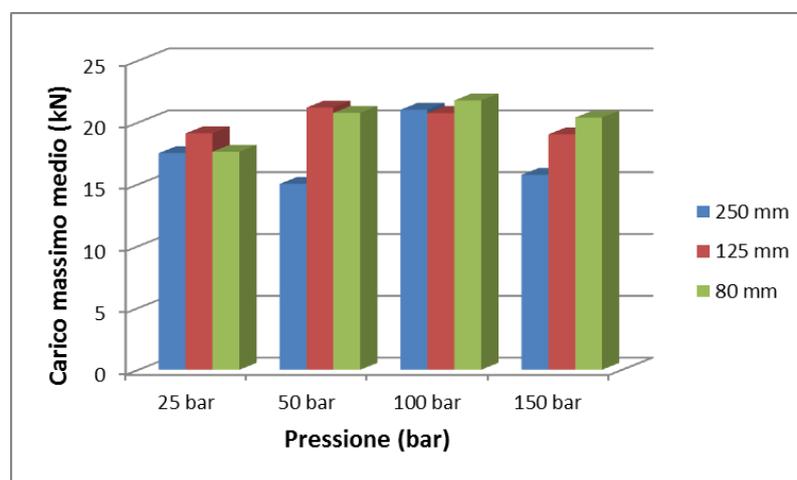
I provini da 100 bar fanno registrare il carico medio più alto sia rispetto agli altri provini di lunghezza 80 mm sia rispetto a tutte le altre prove effettuate con provini a lunghezze maggiori: il carico medio registrato è pari a 21,8 kN lungo l'asse del provino.

La notevole dispersione dei dati però, individuata dal grafico *boxplot*, fa sì che i valori mediani siano diversi dai valori medi: questo a conferma del fatto che il materiale ha un comportamento diverso ad ogni test meccanico. I valori mediani aumentano ancora rispetto ai provini da 125 mm.

### 3.4 Confronto

I valori di carico campionati sono molto dispersi, in un intervallo di grande entità, da circa 13 kN a circa 30 kN. La forte dispersione dei dati è confermata dal fatto che andando a testare provini da 125 mm e da 80 mm, ricavati da uno stesso provino inizialmente lungo 250 mm, si ottengono valori molto diversi di carico massimo e ciò testimonia un comportamento totalmente diverso del materiale all'interno di uno stesso provino.

I grafici sembrano suggerire un aumento dei valori medi e mediani di carico massimo al diminuire della lunghezza dei provini testati, che contengono evidentemente meno difetti o vuoti ed assicurano resistenza meccanica maggiore. Questo vale per i provini processati a 50,100 e 150 bar mentre per quelli prodotti a 25 bar non risulta vero, a conferma del fatto che essi sono i più porosi delle quattro tipologie e la loro resistenza è, in linea di massima, inferiore agli altri provini.



Istogramma 3D di confronto: carichi massimi medi per le tre diverse lunghezze alle 4 differenti pressioni

I provini da 150 bar mostrano una dispersione decisamente inferiore, nelle tre diverse lunghezze, dei valori di carico massimo: questo indica che hanno un comportamento più prevedibile ed è più facile capire quale resistenza possono assicurare.

Analizzando l'istogramma che riassume i valori medi dei carichi massimi per le tre differenti lunghezze e le quattro diverse pressioni si nota come la variazione di lunghezza dei provini testati abbia un'influenza lineare: pur non essendoci una differenza notevole, le prestazioni meccaniche migliori si distinguono nei provini prodotti alla pressione di 100 bar.

# CONCLUSIONE

I materiali compositi a fibre *chopped* presentano un comportamento del tutto diverso dagli altri compositi: le fibre di rinforzo in carbonio, tagliate e posizionate in modo casuale all'interno della matrice resinosa comportano una resistenza meccanica a trazione molto variabile. Il materiale è tanto più resistente tanto più il numero di fibre disposte nella direzione di applicazione del carico è elevato. Non risulta quindi un comportamento prevedibile del materiale e le prove meccaniche devono avvalersi di una certa ripetibilità dei dati, che rappresenta il grado di concordanza tra una serie di misure, per poter definire un intervallo valido di valori.

La forte dispersione dei dati campionati non permette un calcolo preciso ma concede una stima della resistenza meccanica del materiale.

Quello che inizialmente si poteva pensare è che i provini ricavati dalle piastre formate per stampaggio a compressione di materiale composito ottenuto per SMC avrebbero avuto una resistenza meccanica maggiore all'aumentare della pressione durante il processo di produzione: facendo aumentare la pressione infatti ci si aspetta che il materiale all'interno dello stampo venga compattato maggiormente, eliminando quasi del tutto eventuali vuoti all'interno della struttura ed ottenendo la massima coesione fra matrice e rinforzo.

I risultati confutano questa ipotesi rivelando il comportamento variabile del materiale e individuando i valori migliori di resistenza in corrispondenza della pressione di processo pari a 100 bar.

Lo studio microstrutturale condotto al microscopio avvalorava quanto appena detto, dimostrando che per una pressione di stampaggio di 100 bar il materiale presenta caratteristiche migliori all'interno della struttura dei provini, avvicinandosi all'asse, in termini di minore presenza di vuoti e porosità comportando una resistenza a carico tendenzialmente maggiore.

L'influenza della lunghezza dei provini sui dati campionati è lineare, presentando una tendenza all'aumento dei valori medi e mediani dei carichi massimi al diminuire della lunghezza dei provini testati, i quali presentano meno difetti microstrutturali e porosità al loro interno.

Le applicazioni per questo materiali possono essere molteplici, dal settore automotive all'aeronautica.

Gli sviluppi futuri di questo materiale non riguardano soltanto il settore applicativo ma anche l'impatto ambientale: infatti, nonostante l'indice di sostenibilità ambientale sia più vantaggioso rispetto ad altri materiali tradizionali nella maggior parte delle applicazioni, presenta problemi di emissioni nel processo produttivo e limitata possibilità di riciclo a fine vita. Si deve quindi ricercare un maggiore equilibrio tra la performance tecnologica e la compatibilità ambientale.

# BIBLIOGRAFIA

1. I. Crivelli Visconti, G. Caprino, A. Langella. *Materiali compositi – Tecnologie, Progettazione, Applicazioni*. HOEPLI, 2009.
2. G. Caligiana, F. Cesari. *I materiali compositi*. Pitagora Editrice Bologna, 2002.
3. D. C. Montgomery. *Design and Analysis of Experiments - Fifth Edition*. Wiley, 2000.
4. J. D. Fudge. *Chopped Prepregs – A Compelling Performance And Cost Alternative Material Form*. Tencate Advanced Composites.
5. V. P. McConnell. *New Recipes For SMC Innovation*.