

POLITECNICO DI MILANO

Scuola di Ingegneria dei processi industriali

Dipartimento di Chimica, Materiali e Ingegneria Chimica "Giulio Natta"

LAUREA SPECIALISTICA IN INGEGNERIA DEI MATERIALI



FRATTURA INTERLAMINARE NEI MATERIALI COMPOSITI
RINFORZATI CON TESSUTI PER APPLICAZIONI AERONAUTICHE

Relatore Prof. Roberto Frassine

Correlatore Ing. Francesco Caimmi

Tesi di laurea di

Mattia Sirtori 749887

Anno Accademico 2010/2011

Indice

Indice delle figure	4
Indice delle tabelle	8
Abstract	9
Prefazione	10
Capitolo I - Introduzione	12
<i>I.1 - Materiali compositi a matrice polimerica rinforzati con tessuto di fibre</i>	12
I.1.1 - Resine epossidiche	12
I.1.2 - Fibre di carbonio	13
I.1.3 - Tessuti preimpregnati e reticolazione in autoclave	15
<i>I.2 - Frattura nei materiali compositi avanzati</i>	18
I.2.1 - Cenni di meccanica della frattura lineare elastica per materiali anisotropi e sistemi piani.....	18
I.2.2 - Criterio energetico per la determinazione della tenacità a frattura.....	19
I.2.3 - Analisi del campo di sforzi intorno all'apice del difetto.....	22
I.2.4 - Zona di processo.....	24
I.2.5 - Dipendenza dallo spessore	26
I.2.6 - Curva R.....	27
<i>I.3 - Applicazione della teoria delle travi per il calcolo di G</i>	29
<i>I.4 - Analisi statistica e calcolo degli ammissibili</i>	32
Capitolo II - Dettagli sperimentali	37
<i>II.1 - Materiali</i>	37
<i>II.2 - Preparazione dei provini</i>	39
<i>II.3 - Metodi sperimentali per la determinazione della tenacità a frattura interlaminare in modo I e modo II</i>	42
II.3.1 - Prove di delaminazione in modo I (DCB).....	43
II.3.1.1 - Fattori correttivi.....	47
II.3.1.2 - Stabilità.....	48
II.3.2 - Prove di delaminazione in modo II (ENF)	49
II.3.2.1 - Fattori correttivi.....	53

II.3.2.2 - Stabilità.....	53
II.3.2.3 - Effetto dell'attrito.....	54
II.4 - Elaborazione dei dati e analisi.....	55
Capitolo III - Risultati sperimentali	64
III.1 - Modo I.....	64
III.1.1 - Compositi ad alta tenacità.....	66
III.1.2 - Discussione dei risultati.....	70
III.2 - Modo II.....	74
III.2.1 - Compositi ad alta tenacità.....	78
III.2.2 - Discussione dei risultati.....	80
III.3 - Effetto della temperatura.....	82
Capitolo IV - Analisi frattografica.....	87
IV.1 - Ipotesi di relazione tra ΔG , Δa e mesostruttura del materiale	87
IV.2 - Differenze indotte dai modi di sollecitazione e dalla temperatura sulla morfologia delle superfici di frattura.....	94
Capitolo V - Verifica della riproducibilità del processo produttivo e calcolo degli ammissibili.....	105
Capitolo VI - Conclusioni.....	112
Bibliografia.....	115

Indice delle figure

Figura I.1. Reazione di sintetizzazione del DGEBA	12
Figura I.2. Formula chimica del TGDDM.....	13
Figura I.3. Struttura cristallina della grafite: celle esagonali disposte su piani paralleli	14
Figura I.4. Tessuto satin raso passo 8: intreccio lato trama (a sinistra) e ordito (a destra); direzione di laminazione da sinistra verso destra.....	15
Figura I.5. Tessuto satin raso passo 5: intreccio lato trama (a sinistra) e ordito (a destra); direzione di laminazione da sinistra verso destra.....	15
Figura I.6. Schema di un sacco da vuoto con: stampo (1) e sponde metalliche (2) per la deposizione e l'allineamento delle lamine; lamine preimpregnate (3); materiale assorbente (4); sacco in materiale polimerico(5) per contenere il tutto e applicare il vuoto	16
Figura I.7. Struttura di un autoclave per la laminazione in temperatura e pressione	16
Figura I.8. Ciclo di reticolazione e consolidamento in autoclave delle lamine preimpregnate: andamenti di temperatura e pressione in funzione del tempo di cura; applicazione del vuoto costante fino al raffreddamento del materiale.....	17
Figura I.9. Densità di reticolazione all'avanzamento della reazione durante la cura del materiale: a, catene molecolari libere; b-c formazione progressiva di legami chimici intermolecolari e aumento della densità di reticolazione; d, struttura macromolecolare reticolata completamente al termine della reazione.....	17
Figura I.10. Corpo con spessore uniforme B e con difetto di lunghezza a ; carico P applicato che induce uno spostamento du ed un avanzamento del difetto da , con generazione di nuova superficie di frattura dA	20
Figura I.11. Trasposizione del carico applicato esterno su un contorno Γ dell'apice del difetto; lo sforzo è rappresentato scomposto nelle due componenti normale e tangenziale al contorno considerato	22
Figura I.12. Sistema di coordinate polari, r e θ , con origine all'apice del difetto per descrivere lo stato di sforzo nel contorno considerato.....	22
Figura I.13. Ridistribuzione degli sforzi all'apice del difetto dovuta ai fenomeni di plasticizzazione; il raggio della zona di processo ricavato dalla soluzione elasto-plastica, r_p , è maggiore del raggio ricavato impostando lo snervamento del materiale nella soluzione elastica, r_y	25
Figura I.14. Rappresentazione di r_p nella direzione di propagazione della cricca (x) e nell'altezza del corpo (y) nel caso di stato di sforzo piano o deformazione piana per il modo I e II.....	25
Figura I.15. Dipendenza della zona plastica dallo spessore, B , e dallo stato di sforzo in una lastra sottile sollecitata in modo I.....	26
Figura I.16. Distribuzione di K_C rispetto allo spessore, B , della lastra.....	27
Figura I.17. Curve R e G (ricavate applicando carichi costanti differenti) per identificare il tipo di propagazione (fragile (a) o duttile (b)); intersezione tra la curva G e la curva R prima del punto di tangenza: avanzamento stabile del difetto; intersezione tra la curva G e la curva R al punto di tangenza: avanzamento instabile del difetto.....	28
Figura I.18. Geometria dei provini per prove di delaminazione in modo I e II	29
Figura I.19. Dettaglio dell'estremità delaminata (a destra) di un provino DCB; rappresentazione schematica dei momenti agenti sui bracci e sulla parte integra del provino.....	29
Figura I.20. Schema di produzione del materiale 8HS_8552 per la sua qualifica	32
Figura II.1. Film di PTFE inserito nella mezzeria delle lamine preimpregnate durante la fase di laminazione del composito per ottenere la delaminazione iniziale	39
Figura II.2. Regione ricca di matrice accumulata all'estremità del film di PTFE in fase di laminazione del composito	40
Figura II.3. Pannello laminato dopo l'operazione di taglio dei provini.....	40
Figura II.4. Attrezzo per l'allineamento dei tacchi con i provini durante il loro incollaggio.....	41
Figura II.5. Geometria dei provini DCB e ENF.....	42

Figura II.6. Schema di una prova DCB; provino con delaminazione iniziale; tacchi per l'applicazione del carico P nel verso indicato dalle frecce; quotatura delle dimensioni dei tacchi e del difetto (lunghezza iniziale, a_0 , e precrack); apertura δ dei bracci del provino acquisita durante la prova.....	44
Figura II.7. Schema delle azioni interne (momenti) in un provino sollecitato in modo I considerate sul contorno ABCD.....	44
Figura II.8. Applicazione del modello della CBT: determinazione sperimentale del parametro Δ	46
Figura II.9. Applicazione del modello CC: determinazione sperimentale del parametro n	47
Figura II.10. Applicazione del modello MCC: determinazione sperimentale del parametro A_1	47
Figura II.11. Avvicinamento della linea di applicazione del carico in seguito alla flessione dei bracci del provino.....	48
Figura II.12. Schema di una prova ENF; provino appoggiato su due pin posti ad una distanza L dal centro e vincolato superiormente da un pin centrale; carico applicato nelle direzioni indicate dalle frecce; lunghezza del difetto iniziale a_0	49
Figura II.13. Meccanismi di generazione di forza motrice per l'avanzamento della cricca in modo II: flessione dei bracci del provino e sforzo di taglio trasversale	50
Figura II.14. Schema delle azioni interne (momenti) agenti sul contorno tratteggiato in un provino sollecitato in modo II.....	51
Figura II.15. Applicazione del modello ECC: determinazione sperimentale dei parametri m e C_0	52
Figura II.16. Distribuzione schematica degli sforzi normali nella zona delaminata in prossimità dell'appoggio (A)	54
Figura II.17. Griglia laterale di riferimento per individuare l'apice del difetto con passo costante di 1 mm..	56
Figura II.18. Criteri per l'individuazione del punto di innesco sulla curva di carico: NL, 5%/MAX, VIS; la lunghezza di cricca è quella corrispondente al termine del precrack.....	58
Figura II.19. Curva sperimentale di una prova DCB con propagazione stabile del difetto, atteso dalla norma ISO 15024 per materiali compositi unidirezionali.....	58
Figura II.20. Curva sperimentale di una prova DCB con propagazione instabile a tratti (stick-slip), ottenuta nelle prove sui materiali compositi rinforzati con tessuto.....	59
Figura II.21. Curva di carico di una prova in modo I; in rosso i punti di interesse per il calcolo di G_{IC}	60
Figura II.22. Formazione e rottura di ponti di fibre tra le due superfici di frattura	61
Figura II.23. Deviazione del piano di propagazione della cricca che segue l'andamento ondulato del tessuto intrecciato	61
Figura II.24. Formazione di cricche secondarie vicino al fronte principale (immagini 1-3) e coalescenza con quest'ultimo durante la successiva propagazione instabile (immagini 4-6).....	62
Figura II.25. Curve sperimentali di prove di delaminazione in modo I eseguite sul materiale 5HS_8552	63
Figura III.1. Curva sperimentale carico-spostamento di una prova DCB in modo I	64
Figura III.2. Curva R di resistenza alla delaminazione; confronto tra i metodi di riduzione dei dati	65
Figura III.3. Curva R; confronto tra valori calcolati con o senza applicazione dei fattori correttivi F ed N	66
Figura III.4. Valori di G_{IC} all'innesco, criterio del 5%/MAX; metodo di riduzione dei dati MBT con applicazione dei fattori correttivi F ed N ; materiale 5HS_8552_B2 (rosso: pannello 1; arancione: pannello 2)	67
Figura III.5. Valori medi di G_{IC} dei punti di propagazione, metodo di riduzione dei dati MBT con applicazione dei fattori correttivi F ed N ; materiale 5HS_8552_B2 (rosso: pannello 1; arancione: pannello 2)	67
Figura III.6. Valori di G_{IC} all'innesco, criterio del 5%/MAX; metodo di riduzione dei dati MBT con applicazione dei fattori correttivi F ed N ; materiale 8HS_8552_B2 (rosso: pannello 1; arancione: pannello 2)	68
Figura III.7. Valori medi di G_{IC} dei punti di propagazione, metodo di riduzione dei dati MBT con applicazione dei fattori correttivi F ed N ; materiale 8HS_8552_B2 (rosso: pannello 1; arancione: pannello 2)	68

Figura III.8. Valori di G_{IC} all'innesco, criterio del 5%/MAX; metodo di riduzione dei dati MBT con applicazione dei fattori correttivi F ed N; materiale 8HS_8552_B3 (rosso: pannello 1; arancione: pannello 2)	69
Figura III.9. Valori medi di G_{IC} dei punti di propagazione, metodo di riduzione dei dati MBT con applicazione dei fattori correttivi F ed N; materiale 8HS_8552_B3 (rosso: pannello 1; arancione: pannello 2)	69
Figura III.10. Vista di profilo del tessuto 8HS (a) e 5HS (b); evidenziati i fasci di trama non vincolati dall'ordito al bordo che possono rimanere attaccati alla superficie di frattura opposta	71
Figura III.11. materiale 8HS_8552; modo I; -60°C; 22x; valutazione dell'estensione all'interno del provino del fenomeno del tow bridging: circa 2.6 mm sui 25 mm di larghezza totale del campione.....	72
Figura III.12. Curve sperimentali di prove ENF con propagazione del difetto o rottura di schianto del provino;	74
Figura III.13. Propagazione della cricca in un provino ENF oltre il pin centrale.....	75
Figura III.14. Rottura per flessione di un provino ENF che ha mostrato propagazione del difetto fin oltre il pin centrale.....	75
Figura III.15. Determinazione dell'avanzamento del difetto in una prova di delaminazione in modo II: l'ultima tacca della griglia laterale che risulta "spezzata" dall'avanzamento del difetto rappresenta la posizione di cricca	75
Figura III.16. Curva R per il modo II di un provino del materiale 8HS_8552_B2 che ha mostrato propagazione del difetto durante la prova; confronto dei metodi di riduzione dei dati	76
Figura III.17. Stima dell'effetto dell'attrito sulla tenacità calcolata per il modo II; effetto meno significativo all'aumentare della lunghezza della delaminazione e all'allontanarsi dal punto di applicazione del carico.....	77
Figura III.18. Valori di G_{IIC} all'innesco, criterio del 5%/MAX; metodo di riduzione dei dati CBT con correzione per taglio trasversale e per grandi spostamenti; materiale 5HS_8552_B2 (rosso: pannello 1; arancione: pannello 2)	78
Figura III.19. Valori di G_{IIC} all'innesco, criterio del 5%/MAX; metodo di riduzione dei dati CBT con correzione per taglio trasversale e per grandi spostamenti;.....	78
Figura III.20. Valori di G_{IIC} all'innesco, criterio del 5%/MAX; metodo di riduzione dei dati CBT con correzione per taglio trasversale e per grandi spostamenti;.....	78
Figura III.21. Curve R in modo II per i provini del materiale 8HS_8552_B3 che hanno mostrato propagazione del difetto.....	79
Figura III.22. Confronto tra le curve R in modo II dei materiali 8HS_8552_B3 e 5HS_8552_B1	81
Figura III.23. Andamento del modulo elastico in funzione della temperatura per un polimero amorfo reticolato	82
Figura III.24. G_{IC} vs T; confronto tra i tre compositi studiati	83
Figura III.25. Curve sperimentali carico-spostamento in modo I a confronto: -60°C e 25°C; materiale 8HS_8552_B1.....	84
Figura III.26. Curve R in modo I a confronto: -60°C e 25°C; materiale 8HS_8552_B1	84
Figura III.27. Rottura per eccessiva flessione del braccio superiore del provino DCB in una prova a 200°C..	85
Figura III.28. Curve sperimentali in modo I a confronto: 25°C e 200°C; materiale 8HS_8552_B1; la diversa pendenza del tratto iniziale è dovuta alle diverse lunghezze di cricca iniziali.....	86
Figura III.29. Curve R in modo I a confronto: 25°C e 200°C; materiale 8HS_8552_B1	86
Figura IV.1. Curva di carico di una prova DCB; i punti in verde corrispondono ai punti in cui si calcola $G_{Carresto}$	88
Figura IV.2. 5HS_8552, superficie di frattura in modo I. Progressivo salto del piano di delaminazione da fasci di trama a quelli di ordito della lamina superiore	89
Figura IV.3. ΔG vs Δa per tre provini del materiale 8HS_8552_B2; divisione dei meccanismi di frattura nei diversi intervalli di ampiezza degli avanzamenti di cricca; ai ΔG cerchiati non è corrisposto nessun meccanismo secondario.....	89
Figura IV.4. Propagazione instabile della cricca, frame per frame: frame 2 (particolare in rosso): deviazione del piano di delaminazione seguendo l'ondulazione del tessuto	90

Figura IV.5. Propagazione instabile della cricca, frame per frame; frame 1 (particolare in rosso) e frame 3 (particolare in rosso a 6 mm): rottura di ponti di fibre tra le superfici di frattura; frame 3 (particolare in blu a 9.5 mm): formazione di cricche secondari e diramazione del fronte di cricca	90
Figura IV.6. ΔG vs Δa per tre provini del materiale 5HS_8552_B2; divisione dei meccanismi di frattura nei diversi intervalli di ampiezza degli avanzamenti di cricca; ai ΔG cerchiati non è corrisposto nessun meccanismo secondario.....	91
Figura IV.7. Propagazione instabile del difetto; meccanismo di formazione di una cricca secondaria (frame 1, particolare in rosso) che poi coalesce con il fronte principale (frame 2).....	91
Figura IV.8. Distribuzione delle ampiezze delle propagazioni instabili; istogrammi rossi: numero di salti registrati per ogni ampiezza; linea blu: curva cumulata della distribuzione; materiale 8HS_8552_B2.....	92
Figura IV.9. Distribuzione delle ampiezze delle propagazioni instabili; istogrammi rossi: numero di salti registrati per ogni ampiezza; linea blu: curva cumulata della distribuzione; materiale 5HS_8552_B2.....	92
Figura IV.10. G_{arresto} in funzione della lunghezza del difetto per tre provini del materiale 8HS_8552_B2.....	93
Figura IV.11. Meccanismo di formazione di microcricche nella matrice causate dallo sforzo di taglio dovuto ad una sollecitazione in modo II.....	94
Figura IV.12. 5HS_914, superficie di frattura modo I (15x).....	95
Figura IV.13. 5HS_914, superficie di frattura modo II (15x).....	95
Figura IV.14. 5HS_914, superficie di frattura in modo I, ingrandimento di un fascio di ordito (1500x).....	95
Figura IV.15. 5HS_914, superficie di frattura in modo II, ingrandimento di un fascio di ordito (1500x).....	95
Figura IV.16. 5HS_8552; modo I; -60°C; 30x; incroci di fasci di trama e ordito	96
Figura IV.17. 8HS_8552; modo I; -60°C; 30x; incroci di fasci di trama e ordito	96
Figura IV.18. 5HS_8552; modo I; 200°C; 30x; incroci dei fasci di trama e ordito	97
Figura IV.19. 8HS_8552; modo I; 200°C; 50x; incroci dei fasci di trama e ordito	97
Figura IV.20. 5HS_8552; modo I; -60°C; 500x; fascio di trama: fibre esposte e spezzate, cuspidi spigolose di resina.....	99
Figura IV.21. 8HS_8552; modo I; -60°C; 500x; fascio di trama: fibre esposte e spezzate, cuspidi spigolose di resina.....	99
Figura IV.22. 8HS_8552; modo I; 200°C; 500x; tracce pulite lasciate dalle fibre e hackles meno evidenti e dettagliati.....	100
Figura IV.23. 8HS_8552; modo I; -60°C; 3500x; traccia centrale di una fibra scollata con superficie pulita (si notano le linee di filatura della fibra); formazione di hacles orientati secondo la propagazione del difetto negli spazi tra le fibre	100
Figura IV.24. 8HS_8552; modo I; 200°C; 3500x; fibre completamente scoperte e hackles meno evidenti e spigolosi a causa della maggior deformazione plastica della resina e del suo rilassamento ad una temperatura superiore alla sua T_g	101
Figura IV.25. 8HS_8552; modo I; -60°C; particolare delle cuspidi di resina: superficie frastagliata con creste ben definite poiché sia la fase continua che quella dispersa della resina tenacizzata si trovano allo stato rigido vetroso.....	101
Figura IV.26. 8HS_8552; modo I; 200°C; 1000x; particolare delle linee di deformazione plastica della resina	102
Figura IV.27. 5HS_8552; modo I; 200°C; 2000x; particolare della resina con un aspetto più arrotondato e creste poco pronunciate; cavità lasciata da una bolla d'aria intrappolata in fase di laminazione e reticolazione(particolare cerchiato in rosso).....	102
Figura IV.28. 8HS_8552; modo I; -60°C; 1000x; frattura coesiva nella resina con una particolare conformazione a rete tra le tracce delle fibre di ordito (orientate secondo la direzione di avanzamento del difetto, meno scavate ed evidenti) e le fibre di trama perpendicolari ad esse e coperte di resina	103
Figura IV.29. 5HS_914; modo I; -60°C; 500x; fasci di trama: tracce di fibre scollate e cuspidi di resina	103

<i>Figura IV.30. 5HS_914; modo I; -60°C; 2500x; resina con sfioccatura delle particelle di gomma e frammenti isolati; fibre ricoperte</i>	104
<i>Figura V.1. 5HS_8552, modo I; confronto statistico tra i batch di materiale e calcolo dell'ammissibile (linea orizzontale)</i>	106
<i>Figura V.2. 5HS_8552, modo II; confronto statistico tra i diversi batch di materiale e calcolo dell'ammissibile (linea orizzontale)</i>	107
<i>Figura V.3. 8HS_8552, modo I; confronto statistico tra i diversi batch di materiale e calcolo dell'ammissibile (metodo alternativo: linea orizzontale blu; metodo Airbus: linea orizzontale azzurra)</i>	109
<i>Figura V.4. 8HS_8552, modo II; confronto statistico tra i diversi batch e calcolo dell'ammissibile (metodo alternativo: linea orizzontale blu; metodo Airbus: linea orizzontale azzurra)</i>	110
<i>Figura V.5. 5HS_914, confronto statistico tra i pannelli in modo I (a) e modo II (b)</i>	111
<i>Figura V.6. Confronto tra ammissibili dei materiali 5HS_8552 e 8HS_8552 in modo I (a) e modo II (b)</i>	111

Indice delle tabelle

<i>Tabella II.1. Proprietà delle resine epossidiche; Hexcel Ply 914, media tenacità; Hexcel Ply 8552, alta tenacità</i>	37
<i>Tabella II.2. Proprietà delle fibre di carbonio utilizzate per produrre i fasci (tows) dei tessuti di rinforzo</i>	37
<i>Tabella III.1. Riassunto dei dati sperimentali di G_{IC} di propagazione; materiale 5HS_8552_B2</i>	67
<i>Tabella III.2. Riassunto dei dati sperimentali di G_{IC} di propagazione; materiale 8HS_8552_B2</i>	68
<i>Tabella III.3. Riassunto dei dati sperimentali di G_{IC} di propagazione; materiale 8HS_8552_B3</i>	69
<i>Tabella III.4. Confronto tra le medie di innesco, propagazione e relativa variazione percentuale di G_{IC} per tutti i batch dei compositi studiati</i>	73
<i>Tabella III.5. Confronto dei valori di G_{IC} all'innesco per i materiali studiati, criterio del 5%/MAX; metodo di riduzione dei dati CBT con correzioni per taglio trasversale e grandi spostamenti</i>	80
<i>Tabella V.1. 5HS_8552, B1 e B2; modo I; risultati del test sulla normalità della distribuzione dei dati, W e WR ; risultati del test sulle differenze tra i pannelli dei diversi batch, F e P</i>	105
<i>Tabella V.2. 5HS_8552; modo I; risultati dei test sulle differenze tra i batch, F e P</i>	105
<i>Tabella V.3. 5HS_8552, B1 e B2; modo II; risultati del test sulla normalità della distribuzione dei dati, W e WR ; risultati del test sulle differenze tra i pannelli dei diversi batch, F e P</i>	106
<i>Tabella V.4. 5HS_8552; modo II; risultati dei test sulle differenze tra i batch, F e P</i>	106
<i>Tabella V.5. 5HS_8552, modo I, valori di G_{IC} confrontati con l'ammissibile calcolato</i>	107
<i>Tabella V.6. 5HS_8552, modo II; valori di G_{IC} confrontati con l'ammissibile calcolato</i>	107
<i>Tabella V.7. 8HS_8552, B1 B2 B3; modo I; risultati del test sulla normalità della distribuzione dei dati, W e WR ; risultati del test sulle differenze tra i pannelli dei diversi batch, F e P</i>	108
<i>Tabella V.8. 8HS_8552; modo I; risultati dei test sulle differenze tra i batch, F e P</i>	108
<i>Tabella V.9. 8HS_8552, modo I, valori di G_{IC} confrontati con gli ammissibili calcolati</i>	109
<i>Tabella V.10. 8HS_8552, B1 B2 B3; modo II; risultati del test sulla normalità della distribuzione dei dati, W e WR ; risultati del test sulle differenze tra i pannelli dei diversi batch, F e P</i>	109
<i>Tabella V.11. 8HS_8552; modo II; risultati dei test sulle differenze tra i batch, F e P</i>	109
<i>Tabella V.12. 8HS_8552, modo II; valori di G_{IC} confrontati con gli ammissibili calcolati</i>	110
<i>Tabella V.13. 5HS_914; modo I e II; risultati dei test sulle differenze tra i pannelli, F e P</i>	110

Abstract

La resistenza a frattura interlaminare di materiali compositi con matrice di resina epossidica e rinforzo di fibre di carbonio tessute è stata caratterizzata con prove di delaminazione in modo I e modo II. Gli stessi materiali sono stati sottoposti ad un procedura di qualifica della riproducibilità del processo di produzione.

Il particolare rinforzo modifica il comportamento rispetto a quello dei compositi unidirezionali. In modo I, si è osservata una propagazione del difetto discontinua a tratti (*stick-slip*) ed altri meccanismi di danneggiamento secondari: formazione e successiva rottura di ponti di fasci di fibre (*tow bridging*), formazione di cricche secondarie e loro coalescenza con il fronte principale, deviazione del piano di delaminazione. In modo II, alcuni provini hanno mostrato, contrariamente a quanto atteso teoricamente, una propagazione stabile del difetto. La discrepanza tra la predizione teorica e l'osservazione sperimentale si può spiegare in virtù delle curve R fortemente crescenti, che aumentano la stabilità del sistema.

Si è valutata poi l'influenza della temperatura sul comportamento dei materiali. Nelle prove a più alta temperatura la curva di carico diventa regolare e il fenomeno dello *stick-slip* è praticamente assente. Le superfici di frattura sono state analizzate per identificare le caratteristiche indotte dal modo di sollecitazione e dalla temperatura.

Data la complessità del fenomeno della frattura, si è pensato di cercare una correlazione tra la struttura del rinforzo e i meccanismi di frattura, per legare l'entità degli avanzamenti di ogni propagazione instabile di cricca alla differenza di tenacità tra l'innescò e l'arresto del fenomeno corrispondente. Si è constatato come ad avanzamenti maggiori corrisponde il verificarsi di meccanismi di danneggiamento secondari.

Sono state valutate statisticamente le differenze tra, diversi lotti di produzione dello stesso materiale con il duplice scopo di verificare la riproducibilità del processo produttivo, risultato abbastanza controllato, ed ottenere degli Ammissibili in base B da utilizzare come parametri di selezione dei materiali e come dati di progettazione nel calcolo strutturale.

Prefazione

I materiali compositi sono da alcuni decenni al centro dell'attenzione nel campo ingegneristico per via della loro peculiarità di avere proprietà meccaniche specifiche (rapportate alla loro densità) superiori rispetto ai materiali tradizionali, come ad esempio i metalli. Questa particolarità spinge a ricercare soluzioni costruttive che prevedano l'uso dei compositi per ottenere strutture ugualmente performanti e sicure, ma più leggere. Tuttavia la grande potenzialità di questi materiali non è ancora stata sfruttata appieno, poiché alcuni aspetti del loro comportamento non sono ancora stati chiariti a sufficienza. In particolar modo risulta difficile comprendere e prevedere il loro comportamento a frattura.

Quando i laminati compositi subiscono un impatto, vengono caricati in compressione o vengono flessi, la delaminazione è una delle modalità principali di danneggiamento. Proprio la loro struttura molto eterogenea determina una probabilità molto alta che vi siano dei difetti come vuoti nella matrice, rotture nelle fibre di rinforzo o microcricche, dai quali l'innescò della delaminazione è altamente favorito. Questi incidono sulla loro sensibilità al danneggiamento, in termini di peggioramento di resistenza alle ulteriori sollecitazioni statiche o a fatica dopo l'innescarsi di una delaminazione. La delaminazione riduce notevolmente la capacità dei compositi di sopportare carichi e nella progettazione di strutture con questi materiali è necessario tenerlo in considerazione per evitare collassi strutturali. A causa di ciò nasce la necessità di caratterizzare il comportamento a frattura interlaminare dei compositi, che può risultare molto diverso da materiale a materiale poiché alle molteplici combinazioni di matrice e rinforzo corrispondono reazioni differenti all'innescò e alla propagazione (a volte catastrofica) della delaminazione che compromette la vita di servizio del componente. Altri fattori rivelanti che influenzano le modalità di frattura sono la velocità di deformazione e la temperatura.

L'obiettivo di questo lavoro è lo studio della frattura interlaminare di materiali compositi a base di resina epossidica tenacizzata con gomma e rinforzata con un tessuto di fibre di carbonio. La frattura è stata caratterizzata in base al modo di sollecitazione attraverso prove di delaminazione in modo I (apertura della cricca) e modo II (scorrimento delle facce della cricca).

Poiché i compositi fibro-rinforzati si comportano come materiali elastici lineari è possibile applicare i principi della meccanica della frattura lineare elastica (LEFM) per materiali anisotropi. Questa teoria è stata utilizzata per determinare la tenacità a frattura interlaminare, ovvero la resistenza alla propagazione e all'avanzamento di un difetto lungo il piano di

laminazione. È stato utilizzato il criterio energetico per ricavare il tasso di rilascio di energia critico G_c nei due modi di sollecitazione

Sono state effettuate prove su un vasto campo di temperatura per valutarne l'influenza sulle prestazioni del materiale. Si è infine tentato di correlare il comportamento a frattura alla particolare mesostruttura del composito (combinazione di resina e tipologia di rinforzo fibroso) al fine di riuscire a prevedere con affidabilità i limiti a cui questi compositi possono spingersi. Attraverso un'analisi frattografica sono state valutate le caratteristiche delle superfici di frattura, e la dimensione dell'avanzamento della stessa è stata comparata con la curva di carico per individuare possibili correlazioni.

I risultati sono stati anche utilizzati da Alenia Aermacchi, fornitrice dei compositi e partner in questo progetto, per qualificare i materiali che sono utilizzati per la produzione di componenti aeronautici. In particolare sono state valutate le differenze tra i diversi lotti di produzione dello stesso materiale con il duplice scopo di verificare la riproducibilità del processo produttivo ed ottenere un ammissibile del composito da utilizzare come parametro di selezione dei materiali e come dato di progettazione nel calcolo strutturale.

Capitolo I - Introduzione

I.1 - Materiali compositi a matrice polimerica rinforzati con tessuto di fibre

I.1.1 - Resine epossidiche

Le resine epossidiche sono le matrici più utilizzate per i compositi in applicazioni dove sono richieste alte prestazioni. Esse sono infatti caratterizzate da elevata resistenza agli agenti chimici, insensibilità alla corrosione e bassa sensibilità all'umidità. Quest'ultima caratteristica le distingue dalle altre matrici comunemente utilizzate per la produzione di materiali compositi che sono sensibili all'umidità in quanto quest'ultima solitamente viene assorbita dalla resina e indebolisce i legami interfacciali matrice-fibra: si osserva inoltre un effetto di tipo plasticizzante alle alte temperature, alle quali queste altre resine perdono la loro rigidità (1) (2). Le resine epossidiche possiedono inoltre buone proprietà meccaniche e termiche e una discreta versatilità, quest'ultima principalmente dovuta alla possibilità di essere lavorate in diverse condizioni e alla presenza dei gruppi epossidici, che reagiscono facilmente con una gran varietà di altri gruppi molecolari rendendo la resina compatibile con diversi materiali di rinforzo.

Le formulazioni prevedono dei reagenti organici a basso peso molecolare, tipicamente con scheletro alifatico o aromatico e contenenti gli anelli epossidici. I reagenti vengono poi sintetizzati con composti amminici (contenenti gruppi NH_2) e acidi di *bisfenolo A*. Per esempio il *diglicidil etero* (DGEBA), una tra le resine più utilizzate per condizioni di servizio a temperatura moderata, è sintetizzato partendo da *bisfenolo A* e da un eccesso di *epicloridrina* (Figura I.1).

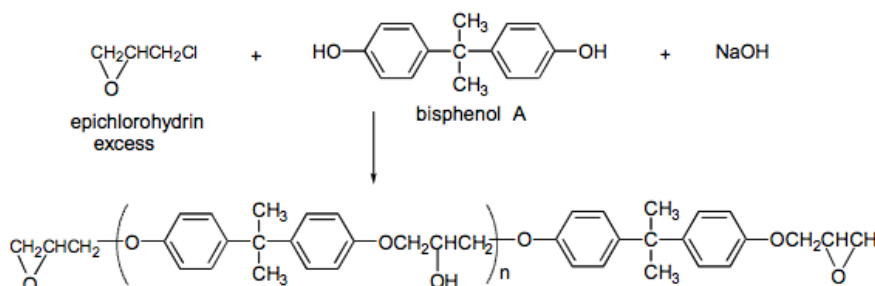


Figura I.1. Reazione di sintetizzazione del DGEBA

Diverse composizioni chimiche del prepolimero permettono di ottenere resine le cui proprietà fisiche e meccaniche risultano ottimali per una determinata applicazione. Continuando con l'esempio del *diglicidil etero*, aumentando il rapporto molare tra *bisfenolo A* ed *epicloridrina*

aumenta il peso molecolare del prepolimero, e si ottengono migliori proprietà meccaniche. Diversamente, utilizzando come base di partenza una molecola aromatica glicidilica amminica multifunzionale come il *tetraglicidil-4-4'-diamminofenilmetano* (TGDDM) (Figura I.2) si ottiene una resina con eccellenti proprietà meccaniche e chimiche alle temperature più elevate.

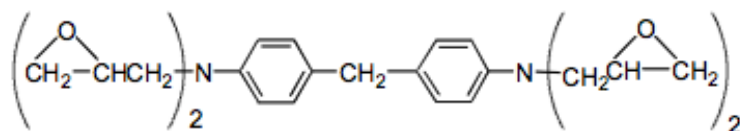


Figura I.2. Formula chimica del TGDDM

Il prepolimero ottenuto presenta quindi almeno due gruppi epossidici per catena, e vi si aggiunge un agente reticolante che di conseguenza possiede almeno due siti reattivi. La miscela così ottenuta è liquida, con un determinato grado di viscosità. Il ciclo di cura restituisce la resina reticolata in una struttura chimica tridimensionale insolubile e infusibile. Solitamente la reazione prevede una omopolimerizzazione per apertura dell'anello epossidico ed è di tipo radicalico ed esotermico, senza formazione di sottoprodotti. In base alle esigenze o possibilità tecnologiche la reticolazione può avvenire sia a temperatura ambiente (se si utilizzano ammine alifatiche) sia ad alta temperatura (se si utilizzano ammine aromatiche, meno reattive) (3). La densità di reticolazione finale dipende principalmente dalla natura e dalla percentuale in miscela di agente reticolante: la sua scelta influenza il ciclo di reticolazione, la morfologia della struttura chimica finale e, di riflesso, le proprietà a frattura della resina.

Generalmente, le resine epossidiche hanno un comportamento fragile e sensibile agli intagli. Per questo motivo, per le applicazioni più estreme, le matrici epossidiche vengono modificate per aumentare la tenacità a frattura (3). Un metodo è la diminuzione della densità di reticolazione cui si giunge aumentando il peso molecolare del prepolimero che avrà quindi una catena più lunga e flessibile. Per ottenere risultati migliori si preferisce invece incorporare nella matrice delle particelle di gomma che fungono da agente tenacizzante. Copolimeri di butadiene e acrilonitrile sono le scelte principali. Durante la reticolazione, le particelle disperse di gomma precipitano come seconda fase. Durante la deformazione e la frattura si innescano dei meccanismi dissipativi supplementari che danno un contributo importante alla tenacità a frattura della resina senza che la sua temperatura di transizione vetrosa e il suo modulo siano variati significativamente.

I.1.2 - Fibre di carbonio

Le fibre di carbonio si utilizzano nei compositi avanzati per le loro elevate proprietà

meccaniche, quali modulo e resistenza, e per la loro leggerezza. Le proprietà specifiche molto alte delle fibre di carbonio rappresentano il grande vantaggio del loro utilizzo all'interno di un materiale composito. Esse sono molto rigide e resistenti, ma la loro frattura è fragile ed instabile e avviene con un assorbimento di energia relativamente modesto che costituisce la loro principale limitazione.

Le fibre di carbonio sono anisotrope, ovvero le proprietà del materiale variano al variare della direzione in cui sono misurate. L'anisotropia è determinata dalla struttura cristallina della grafite (Figura 1.3), alla base delle fibre di carbonio: le celle cristalline sono esagonali e disposte su diversi piani paralleli. Gli atomi di carbonio planari sono uniti da legami covalenti forti, mentre tra i diversi piani si instaurano forze di interazione debole di tipo *Van Der Waals*. Di conseguenza le proprietà meccaniche sono decisamente migliori nelle direzioni planari rispetto a quella trasversale ai piani.

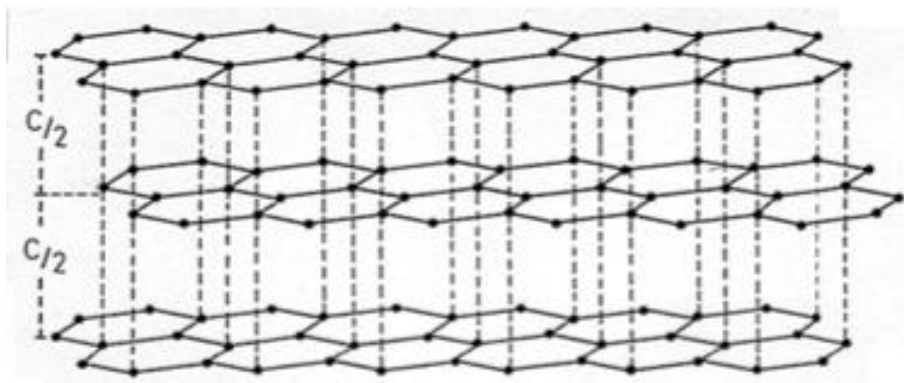


Figura 1.3. Struttura cristallina della grafite: celle esagonali disposte su piani paralleli

Le fibre di carbonio vengono prodotte per pirolisi di vari precursori organici a base carboniosa come le fibre di *poliacrilonitrile* (PAN) o di *rayon*. Tramite questo processo la percentuale di carbonio viene aumentata fino ad arrivare ad oltre il 90% della composizione totale. Per impartire un'orientazione preferenziale delle fibre lungo la direzione di applicazione del carico e accentuare l'anisotropia, le fibre di PAN subiscono un prestiro ad alta temperatura (200°C - 240°C) per 24 ore, in aria. Il reticolo cristallino ha così il tempo di assestarsi per favorire lo sviluppo della struttura grafite orientata. Dopo quest'operazione le fibre di PAN vengono carbonizzate in atmosfera inerte, a temperature intorno ai 1500°C. La carbonizzazione elimina la maggior parte degli elementi del precursore diversi dal carbonio (4).

In base alla storia termica seguita durante la pirolisi, in particolare in base alla temperatura massima raggiunta, si otterranno fibre dalle proprietà meccaniche differenti. Tanto maggiore è la temperatura di pirolisi e tanto maggiore sarà il grado di cristallinità e quindi anche il modulo delle fibre prodotte.

Terminata la produzione, le fibre subiscono un trattamento superficiale per proteggerle durante le lavorazioni successive, per evitare che si rompano prematuramente, per facilitarne la lavorazione grazie all'effetto lubrificante del rivestimento e fornire un substrato con una buona affinità chimica verso la matrice. In questo modo l'adesione interfacciale, fondamentale per il trasferimento dei carichi tra matrice e fibre, risulta molto buona. Le fibre di carbonio non vengono mai utilizzate singole per la intrinseca fragilità dovuta al loro diametro microscopico; solitamente vengono intrecciate tra loro in *tow* di migliaia di filamenti, usati come rinforzo unidirezionale o tessuti (4).

I.1.3 - Tessuti preimpregnati e reticolazione in autoclave

I materiali studiati in questo lavoro sono dei tessuti preimpregnati laminati in autoclave. I *tow* di fibre di carbonio vengono intrecciati in tele dalla tessitura specifica da un macchinario automatizzato. La tessitura in questione è un satin dove trama e ordito si intrecciano ogni 8 o 5 *tow* (Figura I.4 e Figura I.5 rispettivamente) e questa composizione limita molto il carattere anisotropo del laminato, che presenterà proprietà finali simili nelle direzioni planari (5).

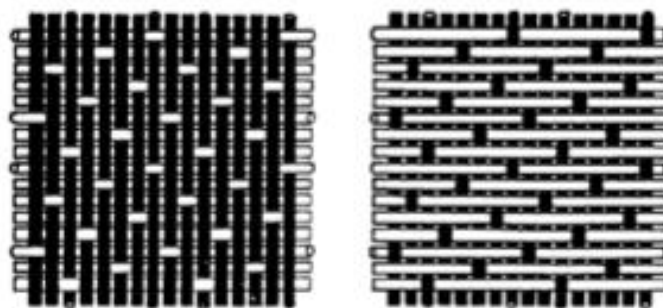


Figura I.4. Tessuto satin raso passo 8: intreccio lato trama (a sinistra) e ordito (a destra); direzione di laminazione da sinistra verso destra

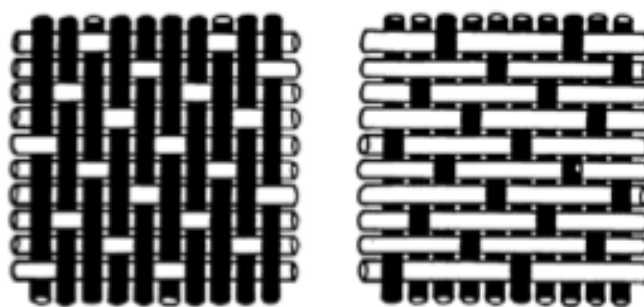


Figura I.5. Tessuto satin raso passo 5: intreccio lato trama (a sinistra) e ordito (a destra); direzione di laminazione da sinistra verso destra

Successivamente le tele vengono immerse in una vasca e impregnate con resina epossidica non ancora reticolata. La resina ha una consistenza cerosa ed ha una appiccicosità (*tack*) che consente di posizionare facilmente e con precisione i fogli preimpregnati prima della laminazione. Il tessuto viene però ricoperto con un film di materiale polimerico distaccante (*lay up*) per evitare che i diversi strati prodotti si appiccichino tra loro prima della posa. In aggiunta il materiale viene raffreddato per rallentare la cinetica della reazione chimica di reticolazione e impedire che la resina indurisca eccessivamente prima della stratificazione dei preimpregnati durante la laminazione. Quest'ultimo passaggio consta principalmente di due operazioni: la deposizione degli strati e il consolidamento tramite un ciclo di cura in autoclave a temperatura, pressione e durata specifici, in base alla tipologia di resina scelta. Dopo la stratificazione, gli strati di preimpregnato vengono inseriti in un sacco da vuoto (*Figura I.6*). In questo modo si estrae tutta l'aria presente nel sacco per eliminare eventuali vuoti nel componente finito e si fa permeare omogeneamente la resina attraverso il tessuto fino ad assorbirne l'eccesso per mezzo di uno strato di materiale assorbente posizionato all'interno del sacco da vuoto.

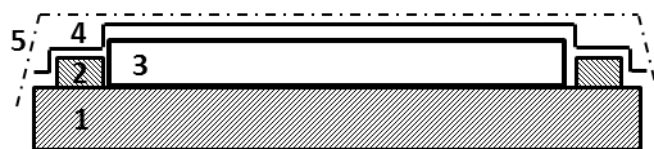


Figura I.6. Schema di un sacco da vuoto con: stampo (1) e sponde metalliche (2) per la deposizione e l'allineamento delle lamine; lamine preimpregnate (3); materiale assorbente (4); sacco in materiale polimerico (5) per contenere il tutto e applicare il vuoto

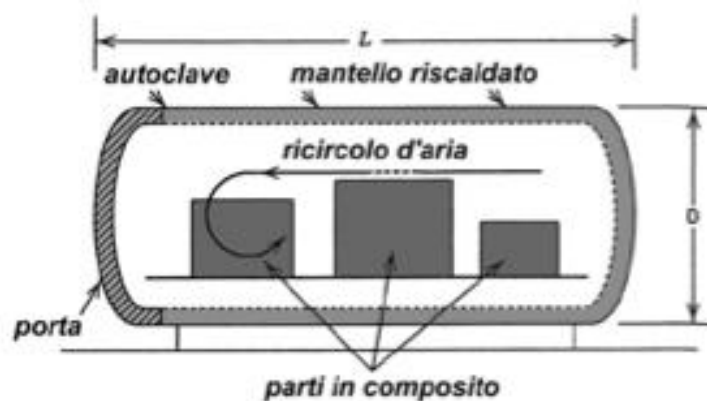


Figura I.7. Struttura di un autoclave per la laminazione in temperatura e pressione

Il consolidamento avviene in autoclave (*Figura I.7*), un recipiente nel quale si può controllare con precisione temperatura e pressione, preimpostate secondo un ciclo termico specifico per ogni tipo di materiale. Un esempio di ciclo di cura è presentato in (*Figura I.8*). Nella prima fase del ciclo avviene la compattazione del preimpregnato tramite l'estrazione dal sacco da vuoto dell'aria e dei solventi evaporati durante il riscaldamento. L'applicazione di una pressione

esterna favorisce la compattazione, facendo compenetrare le lamine e favorendo l'estrazione della resina in eccesso. La resina, all'aumentare della temperatura, perde viscosità e l'espulsione risulta facilitata. La temperatura viene mantenuta costante fino al termine della compattazione della resina, per evitare una precoce reticolazione che potrebbe portare alla formazione di vuoti. Dopo questa fase critica si procede con un ulteriore aumento della temperatura e la conseguente reticolazione della matrice. Con l'instaurarsi dei vincoli chimici reticolari tra il prepolimero e l'agente reticolante (*Figura I.9*), aumenta il peso molecolare della resina così come la sua viscosità, fino ad arrivare al punto di gelo, quando cioè tutto il materiale è un'unica rete continua di legami intermolecolari.

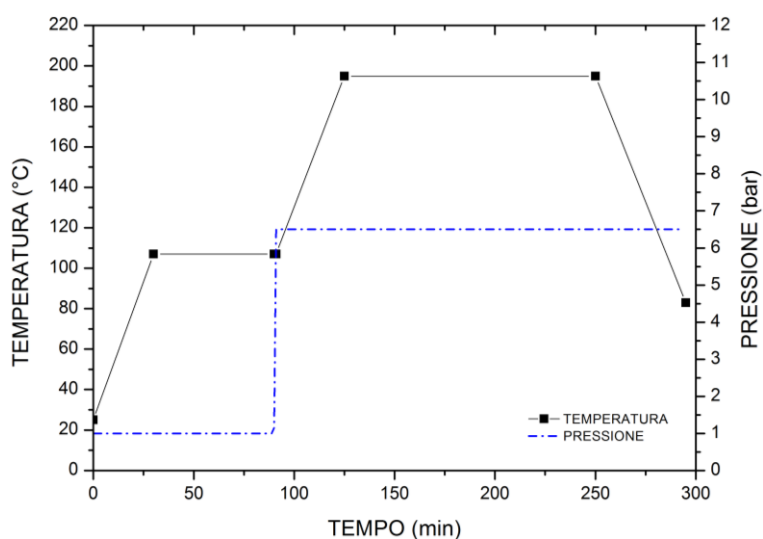


Figura I.8. Ciclo di reticolazione e consolidamento in autoclave delle lamine preimpregnate: andamenti di temperatura e pressione in funzione del tempo di cura; applicazione del vuoto costante fino al raffreddamento del materiale

Il processo continua fino alla vetrificazione, ultimo stadio del ciclo di cura. La storia termica assume particolare importanza perché un aumento di temperatura troppo repentino può portare alla vetrificazione quando ancora non tutti i legami intermolecolari si sono formati. Oltre al rischio di insorgenza di vuoti, la densità di reticolazione risulterà inferiore a quella prevista, con conseguenze negative sulle proprietà meccaniche finali del laminato.

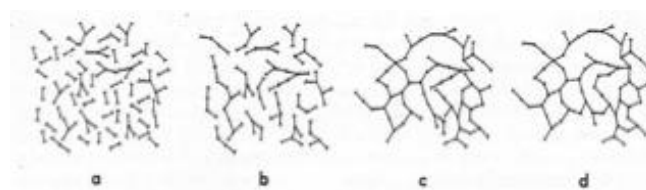


Figura I.9. Densità di reticolazione all'avanzamento della reazione durante la cura del materiale: a, catene molecolari libere; b-c formazione progressiva di legami chimici intermolecolari e aumento della densità di reticolazione; d, struttura macromolecolare reticolata completamente al termine della reazione

I.2 - Frattura nei materiali compositi avanzati

I.2.1 - Cenni di meccanica della frattura lineare elastica per materiali anisotropi e sistemi piani

La meccanica della frattura (*FM*) è la branca della meccanica che studia il comportamento di corpi in presenza di difetti e valuta i meccanismi di frattura al loro innesco e durante la propagazione. Essa viene utilizzata per valutare l'influenza dei difetti sul comportamento dei materiali in relazione alla geometria del corpo considerato e dei carichi ad esso applicati. Una delle conclusioni più importanti a cui si è giunti con la *FM* è che la presenza di un difetto non indebolisce la resistenza del materiale ma, localmente, incrementa l'intensità del campo di sforzi. La sollecitazione effettivamente agente sul materiale è maggiore di quella nominale applicata e, se supera un valore critico, si innesca il processo della frattura con la propagazione del difetto. Questo ha portato ad un nuovo e differente approccio nella filosofia della progettazione il cui cardine è la tolleranza del difetto.

La meccanica della frattura è divisa in due rami principali (6): meccanica della frattura lineare elastica (*LEFM*) che ben rappresenta il comportamento di materiali elastici con frattura fragile; e la meccanica della frattura elastoplastica (*EPFM*) utilizzata per materiali nei quali la frattura è preceduta da consistenti fenomeni di plasticizzazione.

La meccanica della frattura lineare elastica è stata sviluppata inizialmente per materiali isotropi e omogenei e si è rivelata utile ed affidabile nella semplificazione del calcolo strutturale. I materiali compositi tuttavia hanno una struttura disomogenea e un comportamento anisotropo, per cui uno studio secondo la meccanica della frattura deve poter tener conto di queste due importanti differenze. La disomogeneità rimane in ogni caso un problema, ma l'anisotropia si può includere nell'analisi utilizzando metodi appropriati che prevedono diversi parametri per caratterizzare la rottura del materiale. L'approccio da sfruttare rimane comunque quello classico della *LEFM*, ovvero si assume un comportamento a frattura fragile con zone di danneggiamento piccole rispetto alle altre dimensioni del corpo.

L'idea sulla quale è stata sviluppata la teoria della *LEFM* è stata proposta da Griffith (5) (7) e si regge su due assunzioni fondamentali:

- tutti i corpi contengono dei difetti o delle disomogeneità;
- la crescita di un difetto si può caratterizzare in termini energetici: si valuta l'energia necessaria per creare nuove superfici di frattura e avere così la propagazione. Questa grandezza è la resistenza a frattura del materiale R (J/m^2).

L'idea di Griffith deriva da considerazioni sulle differenze tra un corpo integro ed uno fratturato, ed è stata sviluppata per materiali con comportamento perfettamente fragile. La differenza tra i due corpi risiede nella maggior superficie di quest'ultimo dovuta alla frattura. Dal momento che le superfici libere posseggono maggior energia rispetto al bulk, per ottenere nuove superfici di frattura è necessario fornire energia supplementare al corpo tramite lavoro meccanico. Nel caso di materiali perfettamente fragili, tutta l'energia si può considerare interamente rilasciata per generare le nuove superfici di frattura.

Per la maggior parte dei materiali d'altro canto, gli sforzi all'apice della cricca generano localmente delle ampie deformazioni plastiche con ulteriore dissipazione di energia. L'intuizione che un ragionamento simile potesse essere applicato anche a questi materiali fu proposta da Irwin (7), con la condizione che le dissipazioni fossero confinate intorno all'apice del difetto in una zona piccola rispetto alle altre dimensioni del corpo.

1.2.2 - Criterio energetico per la determinazione della tenacità a frattura

Si consideri un corpo con una cricca di lunghezza a e spessore uniforme B (Figura 1.10). La cricca propaghi simile a se stessa di una quantità infinitesimale da , per cui la variazione di area sia $dA=Bda$. Per un avanzamento della cricca con velocità \dot{a} in un intervallo di tempo dt , il primo principio della termodinamica si scrive come:

$$\dot{U}_e = \dot{U}_d + \dot{U}_s + \dot{U}_k + BR\dot{a} \quad 1.2.1$$

Compaiono: il lavoro dei carichi esterni applicati, U_e , bilanciato dall'energia dissipata, U_d , dall'energia elastica immagazzinata nel sistema U_s e dall'energia cinetica, U_k , più un termine che include tutte le dissipazioni che concorrono a dare la resistenza a frattura del materiale R . Nell'ambito della LEFM si assume un comportamento lineare elastico, si trascura perciò U_d e tutte le dissipazioni rientrano nel termine R ; se poi si considera una condizione di sollecitazione tale per cui la propagazione del difetto è lenta e stabile (quasi statica), è possibile trascurare anche U_k . Il bilancio si riduce a:

$$\dot{U}_e = \dot{U}_s + BR\dot{a} \quad 1.2.2$$

Si definisce il tasso di rilascio di energia G (*Energy release rate, ERR*) come

$$G = \frac{1}{B} \left(\frac{dU_e}{da} - \frac{dU_s}{da} \right) \quad 1.2.3$$

Il significato fisico di G è legato alla quantità di energia che verrebbe rilasciata se la cricca avanzasse di una lunghezza unitaria, e corrisponde alla forza motrice disponibile per la crescita

del difetto; all'innesco della frattura si ha

$$BG\dot{a} = \dot{U}_e - \dot{U}_s = BR\dot{a} \quad 1.2.4$$

R corrisponde al valore critico di G per il quale si ha propagazione della frattura e si indica con G_c , detta anche tenacità.

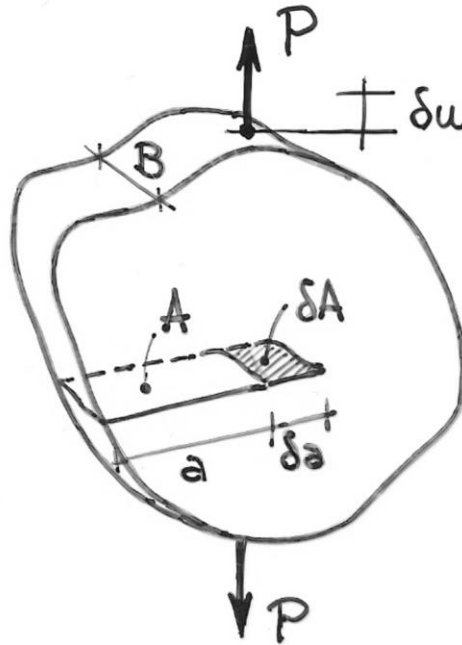


Figura 1.10. Corpo con spessore uniforme B e con difetto di lunghezza a ; carico P applicato che induce uno spostamento du ed un avanzamento del difetto da , con generazione di nuova superficie di frattura dA

R può non essere costante, ma dipende dall'avanzamento del difetto, Δa (5) (6). La stabilità della cricca dipende dall'interazione tra i carichi applicati e la tenacità del materiale per cui, in linea di principio, qualsiasi cricca (fragile o duttile) può essere resa sia stabile che instabile dalla forza motrice a disposizione. La stabilità implica che non ci sia un'accelerazione dell'avanzamento del difetto, ovvero che il contributo di energia cinetica sia ancora trascurabile e $dG < dR$. D'altro canto quando questo contributo non può più essere trascurato il tasso di energia rilasciato supera la resistenza del materiale e si entra nel campo di instabilità.

Riprendendo l'equazione 1.2.3 e considerando il caso generale di un corpo con cedevolezza $C(a)$ sollecitato da un carico generalizzato P applicato al contorno Γ che induce uno spostamento u (Figura 1.10), per uno spostamento du corrispondente ad un incremento dA di area fratturata, i due contributi diventano:

$$\frac{dU_e}{da} = P \frac{du}{da} \quad 1.2.5$$

$$\frac{dU_s}{da} = \frac{d}{da} \int_0^u P du \quad 1.2.6$$

In generale U_s è una funzione di u, P e a per cui

$$\frac{dU_s}{da} = \frac{\partial U_s}{\partial a} + \frac{\partial U_s}{\partial P} \frac{dP}{da} + \frac{\partial U_s}{\partial u} \frac{du}{da} \quad 1.2.7$$

$$\frac{\partial U_s}{\partial u} = P \quad 1.2.8$$

per cui sostituendo le equazioni 1.2.5 e 1.2.7 nell'equazione 1.2.3 risulta che

$$G = -\frac{1}{B} \left(\frac{\partial U_s}{\partial a} + \frac{\partial U_s}{\partial P} \frac{dP}{da} \right) = -\frac{1}{B} \frac{dU_s}{da} \Big|_{u=cost} \quad 1.2.9$$

Nel caso di comportamento lineare elastico

$$U_s = \frac{1}{2} P u \quad \frac{dU_s}{da} = \frac{1}{2} P \frac{du}{da} + \frac{1}{2} u \frac{dP}{da} \quad 1.2.10$$

Per cui

$$G = \frac{1}{2B} \left(P \frac{du}{da} - u \frac{dP}{da} \right) \quad 1.2.11$$

Essendo la cedevolezza definita come $C = u/P$ si ha che

$$\frac{du}{da} = P \frac{dC}{da} + C \frac{dP}{da} \quad 1.2.12$$

E si ottiene l'equazione per G proposta da Irwin e Kies (5):

$$G = \frac{P^2}{2B} \frac{dC}{da} \quad 1.2.13$$

Il tasso di rilascio di energia, in corrispondenza di un determinato carico applicato P , risulta proporzionale alla variazione di cedevolezza in funzione della dimensione del difetto. La derivata della cedevolezza rispetto alla lunghezza di cricca, dC/da , dipende dalla geometria del corpo e dalle proprietà meccaniche del materiale e viene ricavata misurando sperimentalmente la cedevolezza per determinati valori di lunghezza di cricca.

Questa espressione, ugualmente valida in caso di controllo sia di spostamento che di carico, è alla base della valutazione della resistenza a frattura dei materiali secondo un criterio energetico nel dominio della meccanica della frattura lineare elastica.

I.2.3 - Analisi del campo di sforzi intorno all'apice del difetto

Nel paragrafo I.2.2 -è stato presentato un criterio energetico per definire il fenomeno della frattura, attraverso G_c ed R . Tuttavia, la frattura è un fenomeno localizzato e analizzare lo stato di sforzo intorno all'apice del difetto consente di identificare un nuovo criterio per caratterizzare il comportamento dei materiali. Il carico esterno applicato P si può trasportare su un contorno Γ qualsiasi dell'apice del difetto (Figura I.11).

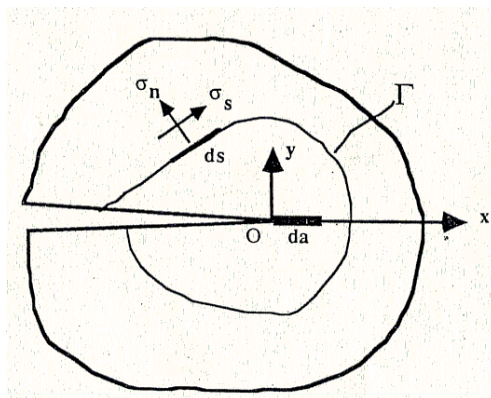


Figura I.11. Trasposizione del carico applicato esterno su un contorno Γ dell'apice del difetto; lo sforzo è rappresentato scomposto nelle due componenti normale e tangenziale al contorno considerato

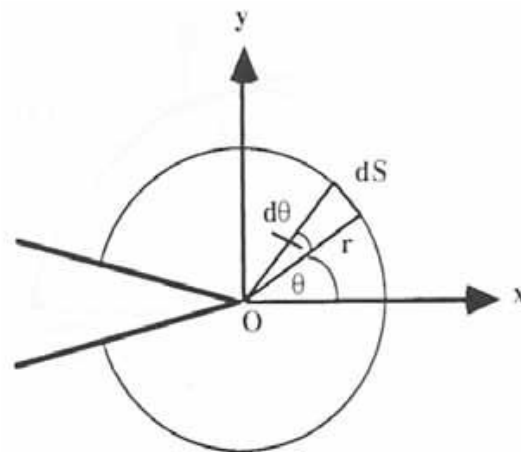


Figura I.12. Sistema di coordinate polari, r e θ , con origine all'apice del difetto per descrivere lo stato di sforzo nel contorno considerato

Sempre sotto l'ipotesi di lavorare in un sistema elastico ed isotropo in cui le facce della cricca siano scariche, partendo dall'equazione I.2.3 si ha:

$$\frac{1}{B} \frac{dU_e}{da} = \int_S \left(\sigma_n \frac{du_n}{dx} + \sigma_s \frac{du_s}{dx} \right) dS \quad I.2.14$$

$$\frac{1}{B} \frac{dU_s}{da} = \frac{d}{da} \int_S W_s dA \quad 1.2.15$$

Dove σ_n , σ_s , e u_n , u_s , sono gli sforzi e gli spostamenti normali e tangenziali al contorno, mentre W_s è la densità di energia di deformazione. Introducendo un sistema di coordinate polari all'apice del difetto (Figura 1.12), le trasformazioni necessarie sono $dx = -da$, $dA = dx dy = -da dy$ e si ha

$$G = \int_S W_s dy - \left(\sigma_n \frac{du_n}{dx} + \sigma_s \frac{du_s}{dx} \right) dS \quad 1.2.16$$

Questa è l'espressione dell'integrale J ed è stato dimostrato che è valida per qualsiasi sistema elastico, anche per un materiale anisotropo ed omogeneo (5) (6).

Il campo degli sforzi e degli spostamenti intorno all'apice si può descrivere in funzione delle coordinate polari r e θ come:

$$\sigma_{ij} = r^{-1/2} \cdot f(\theta, K_i) \quad u_i = r^{1/2} \cdot g(\theta, K_i) \quad i, j = 1, 2, 3 \quad 1.2.17$$

Le funzioni f e g racchiudono la dipendenza dei campi dalla coordinata angolare θ e dalle condizioni al contorno del sistema K_i .

Le costanti K_i sono legate al modo in cui viene sollecitato il corpo, alla sua geometria, alle condizioni al contorno e si chiamano fattori di intensificazione degli sforzi. Questi fattori incidono sull'effettiva sollecitazione agente sull'apice della cricca e ne aumentano la gravosità per il materiale, per cui lo sforzo "effettivo" sentito dal materiale risulta

$$\sigma_{eff} = K_i r^{-1/2} f(\theta) \quad 1.2.18$$

I fattori di intensificazione degli sforzi si esprimono generalmente come

$$K = Y \sigma_{nom} \sqrt{\pi a} \quad 1.2.19$$

Dove σ_{nom} è uno sforzo convenzionale, generalmente applicato al contorno, a la lunghezza della cricca, mentre Y è una funzione adimensionale che quantifica l'aggravio portato dalla presenza del difetto in base alla sua conformazione e posizione all'interno del sistema.

Le funzioni f e g si ricavano risolvendo il problema asintoticamente per $r \rightarrow 0$ nel caso in cui il difetto sia una cricca acuta e piatta.

Per come sono stati definiti i σ_{ij} nell'equazione 1.2.17, risulta che il punto più critico si ha per $r \rightarrow 0$ in prossimità dell'apice, dove le funzioni divergono e σ assume valore infinito.

In base all'equazione I.2.19, quando K , ad uno specifico livello di carico, raggiunge la resistenza a frattura del materiale, esso assume un valore critico al quale si innesca la frattura:

$$K = K_C \quad I.2.20$$

Questo valore, detto K_C , è una proprietà del materiale dipendente dalle condizioni di prova (modo I,II,III) e dalla velocità di sollecitazione.

Ad ogni modo, lo sforzo non raggiunge mai il limite "teorico" infinito, perché una volta raggiunta la soglia di snervamento, all'apice avviene una deformazione plastica e lo sforzo si ridistribuisce all'interno di una zona, detta di processo, mantenendo le condizioni di equilibrio.

Facendo collassare il contorno Γ intorno all'apice della cricca (Figura I.11), si può trascurare nel bilancio di equazione I.2.1 il contributo di energia immagazzinata e, facendo riferimento alle funzioni f e g utilizzate per descrivere il campo di sforzi, tramite alcuni passaggi matematici (5) si ottiene un'espressione di G dalla quale si possono scorporare sforzi e deformazioni lungo la direzione normale e tangenziale.

G risulta allora separata in due contributi indipendenti tra loro $G = G_I + G_{II}$

$$G_I = \frac{1}{2} \pi f_n(0) g_n(\pi) \quad I.2.21$$

$$G_{II} = \frac{1}{2} \pi f_s(0) g_s(\pi) \quad I.2.22$$

I due termini corrispondono alle sollecitazioni che tendono ad aprire la cricca (modo I) e che tendono a farne scorrere le facce una rispetto all'altra (modo II).

I.2.4 - Zona di processo

La precedente analisi dello stato di sforzo intorno all'apice della cricca ha portato alla conclusione che la singolarità teorica per $r \rightarrow 0$ sia in realtà limitata dallo snervamento del materiale, ovvero dall'insorgenza di un comportamento non lineare. Se così non fosse, la presenza di qualsiasi difetto porterebbe a propagazione istantanea della cricca poiché sotto l'azione di qualsiasi campo di sforzi si avrebbe in ogni caso $\sigma \rightarrow \infty$ per $r \rightarrow 0$. Considerando invece un comportamento non lineare e assumendo che il materiale non possa superare la soglia di snervamento, lo stato di sforzo risulta necessariamente ridistribuito in modo da mantenere l'equilibrio.

Su un diagramma σ - r (Figura I.13) significa considerare lo sforzo costante e pari alla soglia di snervamento fino ad un valore di r tale che l'area sottesa del grafico σ - r nei due casi sia la stessa.

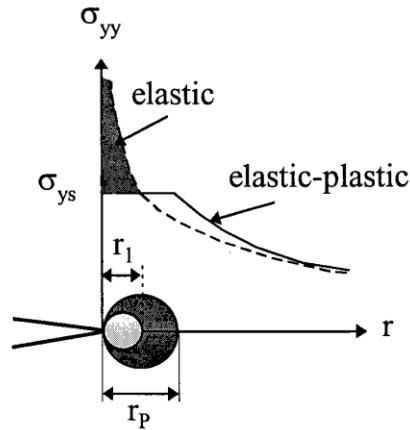


Figura I.13. Ridistribuzione degli sforzi all'apice del difetto dovuta ai fenomeni di plasticizzazione; il raggio della zona di processo ricavato dalla soluzione elasto-plastica, r_p , è maggiore del raggio ricavato impostando lo snervamento del materiale nella soluzione elastica, r_y

Ipotizzando che la sezione della zona plastica sia circolare si può ricavare la distanza r alla quale lo sforzo (calcolato per $\theta=0$) eguaglia il valore dello snervamento:

$$\sigma_y \cdot r_p = \int_0^{r_y} \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} dr = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi}} \cdot 2\sqrt{r_y} \quad r_p = 2r_y = \frac{1}{\pi} \left(\frac{K_I}{\sigma_y} \right)^2 \quad I.2.23$$

Considerando sempre la lastra di spessore uniforme (Figura I.10) e seguendo il criterio di Von Mises, si può ricostruire la forma della zona plastica diagrammando $r_p(\theta)$ in funzione dei diversi stati di sollecitazione (sforzo piano o deformazione piana, Figura I.14).

$$r_I(\theta) = \frac{K^2}{4\pi\sigma_y^2} \left[1 + \frac{3}{2} \sin^2\theta + \cos\theta \right] \text{ (sforzo piano)}$$

$$r_I(\theta) = \frac{K^2}{4\pi\sigma_y^2} \left[\frac{3}{2} \sin^2\theta + (1 - 2\nu)^2 (1 + \cos\theta) \right] \text{ (deformazione piana)} \quad I.2.24$$

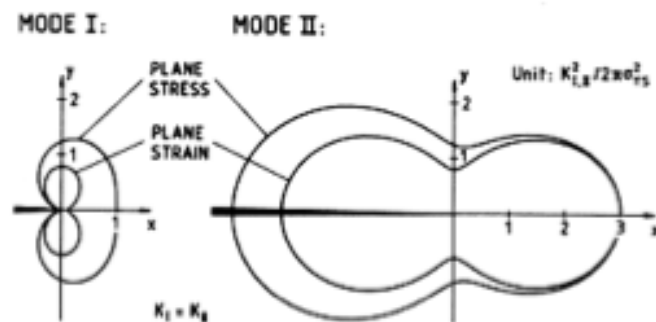


Figura I.14. Rappresentazione di r_p nella direzione di propagazione della cricca (x) e nell'altezza del corpo (y) nel caso di stato di sforzo piano o deformazione piana per il modo I e II

Come si può vedere dalla Figura I.14, una condizione di deformazione piana (che si ha nelle zone interne della lastra, dove il materiale è vincolato dalle zone esterne a deformarsi

solamente in due direzioni facendo nascere una componente di sforzo anche lungo la terza dimensione) riduce la possibilità di snervamento del materiale. La zona plastica è più piccola ed ha una diversa forma dei lobi, cosicché la zona di processo assume una forma ad osso di cane (Figura I.15)

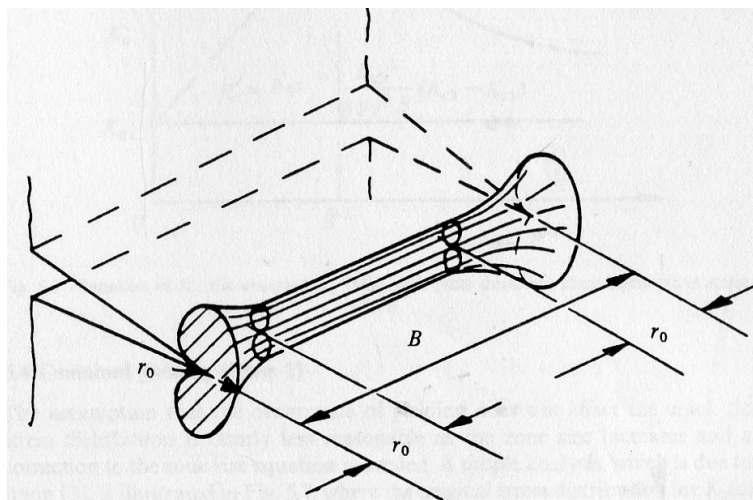


Figura I.15. Dipendenza della zona plastica dallo spessore, B , e dallo stato di sforzo in una lastra sottile sollecitata in modo I

Le condizioni di criticità per G (equazione I.2.4) e K (equazione I.2.20) rimangono validi, fintanto che la zona di plasticizzazione è contenuta rispetto alle dimensioni del corpo. Per i materiali compositi laminati, elastici fino ad elevatissimi carichi, la dissipazione per deformazione plastica è sostituita da un meccanismo di danneggiamento generale più vario e complesso, con formazione di microcricche e microvuoti (1) (8) (9).

I.2.5 - Dipendenza dallo spessore

La tenacità a frattura G_c è legata alla dimensione della zona di processo e si nota che nel caso di deformazione piana la zona plastica è più contenuta (paragrafo I.2.4 -, Figura I.15), poiché il materiale è maggiormente vincolato e la criticità del campo di sforzi è maggiore. Non potendo dissipare molta energia per deformarsi plasticamente il materiale opporrà meno resistenza all'avanzamento della cricca. Uno stato di deformazione piana corrisponde perciò ad un valore minimo della tenacità a frattura. Nel caso di sforzo piano invece, il materiale è libero di deformarsi anche nella terza direzione verso l'esterno. Avendo a disposizione più spazio fisico per potersi deformare, esso può dissipare una quantità maggiore di energia per cui si avrà un valore massimo di K_c .

Questo fenomeno è di particolare importanza per geometrie del tipo lastra intagliata al bordo (come i provini DCB). Nella zona centrale del provino si instaura una condizione di deformazione piana mentre al bordo c'è uno stato di sforzo piano. Di conseguenza K_c e G_c non

sono costanti nella larghezza della lastra: si avranno valori inferiori al centro dove la zona plastica è limitata e valori più alti all'esterno. Il valore sperimentale calcolato risulterà essere una media di questa distribuzione (Figura I.16). In base a queste considerazioni l'innesco in deformazione piana avviene prima, essendo la condizione di minor tenacità.

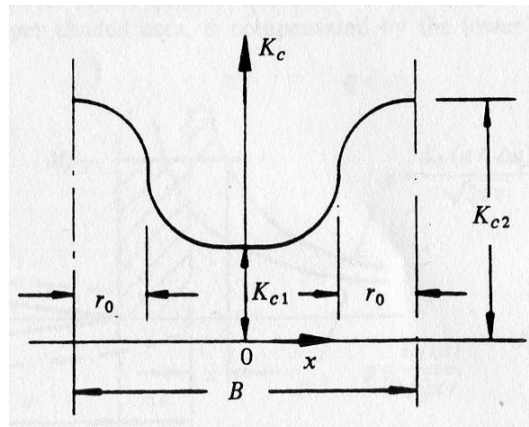


Figura I.16. Distribuzione di K_c rispetto allo spessore, B , della lastra

I.2.6 - Curva R

Per un corpo con un difetto di area nota A_0 , si può rappresentare il requisito energetico per la propagazione tramite l'andamento di R in funzione dell'area stessa. Avendo considerato nel caso in esame che lo spessore sia uniforme, la stessa curva si può rappresentare in funzione della lunghezza del difetto (Figura I.17). La curva R descrive il comportamento a frattura del materiale ed è una proprietà del materiale stesso (dipendente dalla temperatura e dalla velocità di sollecitazione). Le curve G invece rappresentano la forza motrice necessaria per la propagazione e dipendono dalla geometria e dalle condizioni di carico (Figura I.17).

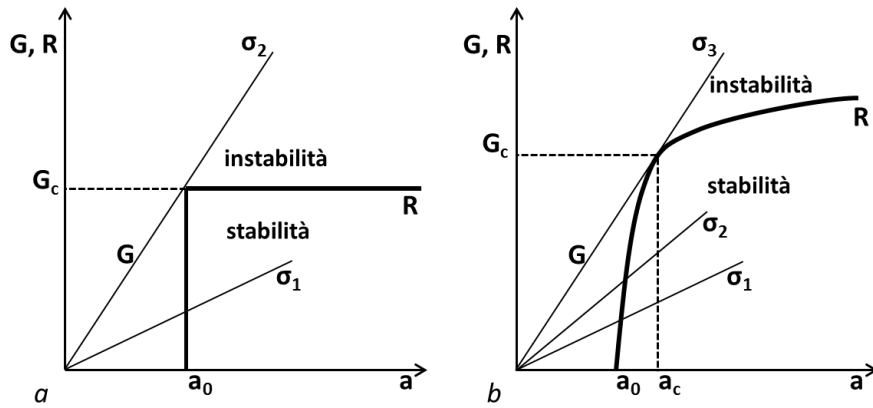


Figura 1.17. Curve R e G (ricavate applicando carichi costanti differenti) per identificare il tipo di propagazione (fragile (a) o duttile (b)); intersezione tra la curva G e la curva R prima del punto di tangenza: avanzamento stabile del difetto; intersezione tra la curva G e la curva R al punto di tangenza: avanzamento instabile del difetto

Sovrapponendo a R le curve di G (ricavate per carichi costanti e in funzione di a) si distinguono due zone. La prima dove la crescita del difetto è stabile: sotto sollecitazione la cricca avanza ma si arresta quando viene rimosso il carico. In questo caso, per ogni avanzamento della cricca si ha $dG/da < dR/da$, la crescita stabile è garantita finché la curva G per il particolare sistema di carichi arriva al punto di tangenza con la curva R. Oltre questo punto la crescita è instabile poiché $dG/da > dR/da$ e l'avanzamento non è più controllabile esternamente tramite la variazione del carico o dello spostamento applicati.

Un caso limite è rappresentato dalla curva R per materiali elastici e a frattura fragile (Figura 1.17 (a)), dove la resistenza assume valore costante per qualsiasi lunghezza del difetto e in questo caso un solo valore di G descrive la condizione critica dell'instaurarsi della frattura, che diventa così definita indipendentemente da a . Questo implica che tutti i fenomeni dissipativi siano realmente localizzati intorno all'apice del difetto. Nei materiali tenaci invece, subentrano fenomeni di dissipazione per plasticizzazione in una zona più ampia, cosicché G_c non è costante ma segue un andamento crescente e asintotico (Figura 1.17 (b)) (1) (8). E' questo il caso generale dei compositi sebbene, come già citato, il meccanismo di dissipazione avviene per danneggiamento generale e non per deformazione plastica.

I.3 - Applicazione della teoria delle travi per il calcolo di G

La teoria delle travi si occupa dello studio delle forze interne generate dalle sollecitazioni imposte su corpi con una geometria tale per cui una dimensione (tipicamente la lunghezza) sia molto maggiore delle altre due. I provini utilizzati per i test di delaminazione in modo I e II possiedono tale geometria (Figura I.18), pertanto possono essere considerati alla stregua di travi elastiche per cui, conoscendo i carichi applicati, si può utilizzare una più semplice analisi del campo di sforzi intorno all'apice del difetto per determinare la tenacità a frattura interlaminare.



Figura I.18. Geometria dei provini per prove di delaminazione in modo I e II

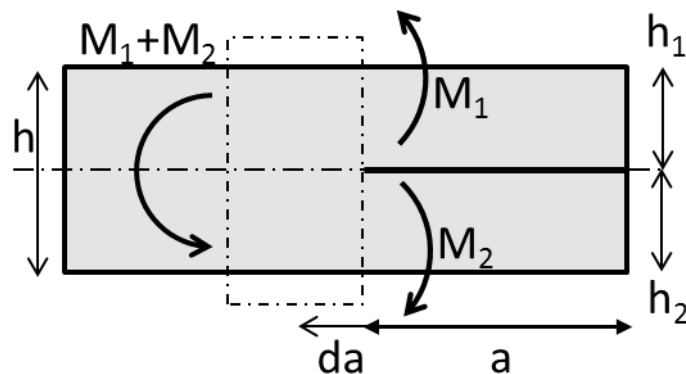


Figura I.19. Dettaglio dell'estremità delaminata (a destra) di un provino DCB; rappresentazione schematica dei momenti agenti sui bracci e sulla parte integra del provino

La Figura I.19 mostra un laminato di spessore $2h$ contenente una delaminazione posta ad una distanza h_1 dalla faccia superiore. Considerando solamente la porzione di materiale integra, le azioni interne in questa zona sono un momento flettente $M_1 + M_2$, una forza assiale $P_1 + P_2$ e una di taglio $Q_1 + Q_2$. Nella parte delaminata queste azioni interne sono ripartite in M_1, P_1, Q_1 sul braccio superiore e M_2, P_2, Q_2 sul braccio inferiore.

Considerando un avanzamento della delaminazione di da e il solo contributo del momento flettente, l'energia accumulata dalla trave è

$$\frac{dU_s}{da} = \frac{1}{2} \frac{M^2}{EI} \quad I.3.1$$

Applicata al caso in *Figura I.19*, sul contorno tratteggiato, e trascurando azioni assiali e di taglio diventa:

$$dU_s = \left[\frac{M_1^2}{2E_1I_1} + \frac{M_2^2}{2E_1I_2} - \frac{(M_1+M_2)^2}{2E_1I_0} \right] da \quad I.3.2$$

Dove

$$I_0 = \frac{1}{12} B(2h)^3 \quad I_1 = \frac{1}{12} B h_1^3 = \xi^3 I_0 \quad I_2 = \frac{1}{12} B h_2^3 = (1 - \xi)^3 I_0$$

Essendo $\xi = h_1/h$.

Ipotizzando che il momento applicato sia costante nel processo di frattura si sfrutta l'equazione

$$G = \frac{1}{B} \frac{dU_s}{da} \Big|_{M=cost} \quad I.3.3$$

E si ottiene

$$G = \frac{1}{2BI_0} \left(\frac{M_1^2}{\xi^3} + \frac{M_2^2}{(1-\xi)^3} - (M_1 + M_2)^2 \right) \quad I.3.4$$

Si procede quindi a separare i due contributi indipendenti di modo I e modo II alla tenacità. Se le due travi nella zona delaminata sono flesse nello stesso verso, esse hanno un raggio di curvatura ρ identico, per cui la sollecitazione risultante è in modo II puro. Ipotizzando un momento (dovuto alla sollecitazione in modo II) M_{II} sul braccio superiore (M_1 in *Figura I.19*) e definendo $\Psi = I_2/I_1$ si ha che

$$\rho = \frac{E_1 I_1}{M_{II}} = \frac{E_1 I_2}{\Psi M_{II}} \quad I.3.5$$

quindi $M_{II}\Psi$ è il momento corrispondente agente sul braccio inferiore (M_2 , sempre in *Figura I.19*).

In una sollecitazione in modo I invece, i due momenti sono uguali in modulo M_I ma opposti in direzione e verso. Sommando i due contributi si ha

$$M_1 = M_{II} - M_I \quad M_2 = \Psi M_{II} + M_I \quad I.3.6$$

Sostituendo le relazioni di *equazione I.3.6* nell'*espressione I.3.4* si ha

$$G = \frac{3}{4B^2 h^3 E_1} \left[\frac{(M_{II} - M_I)^2}{\xi^3} + \frac{(\Psi M_{II} + M_I)^2}{(1-\xi)^3} - (M_{II} + \Psi M_{II})^2 \right] \quad I.3.7$$

Si ricavano infine G_I e G_{II} :

$$G_I = \frac{6h_1^3}{B^2 E_1 h_2^3 (h_1^3 + h_2^3)} \left[M_2 - \left(\frac{h_2}{h_1} \right)^2 M_1 \right]^2$$

$$G_{II} = \frac{18h_2 h_1}{B^2 E_1 (h_1 + h_2)^2 (h_1^3 + h_2^3)} [M_2 + M_1]^2 \quad I.3.8$$

Questi risultati permettono di determinare G conoscendo solamente i momenti e i carichi applicati alla sezione dell'apice della cricca.

Un secondo approccio per ricavare il tasso di rilascio di energia viene dall'equazione di Irwin e Kies (presentata in (5)), che ricavano G tramite la valutazione sperimentale della variazione della cedevolezza (definita come δ/P e ricavata sempre dalle espressioni della teoria delle travi) in funzione della lunghezza di cricca, ed ottengono la relazione

$$G = \frac{P^2}{2B} \frac{dC}{da} \quad I.3.9$$

Questi due metodi sono alla base dei criteri utilizzati per calcolare la tenacità interlaminare in fase di riduzione dei dati.

I.4 - Analisi statistica e calcolo degli ammissibili

Uno degli obiettivi di questo lavoro è la qualifica dei due materiali a base di resina 8552 ad alta tenacità. La qualifica prevede di stabilire la riproducibilità del processo produttivo testando due pannelli, ottenuti con il medesimo ciclo di reticolazione ma in momenti differenti, per tre diversi batch di produzione del materiale (Figura I.20).

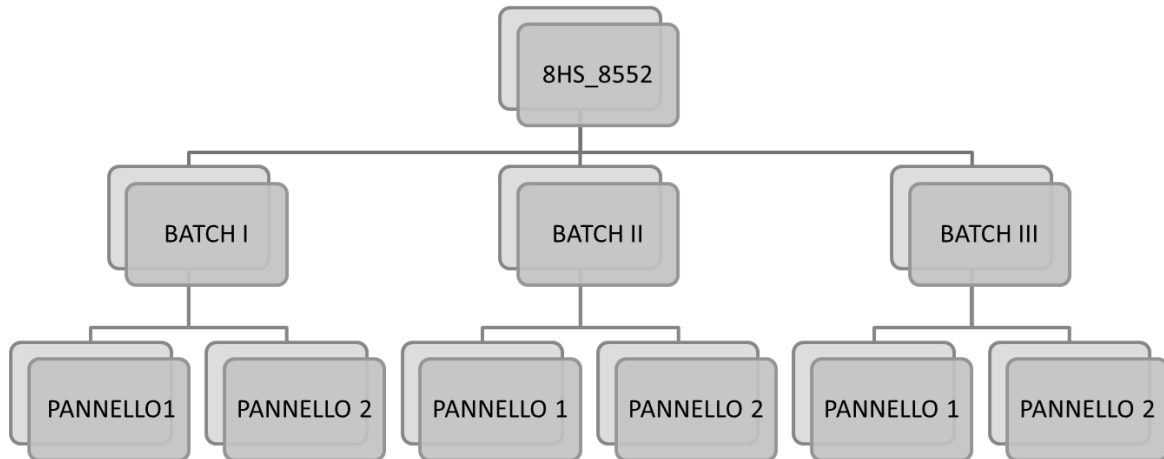


Figura I.20. Schema di produzione del materiale 8HS_8552 per la sua qualifica

Sono a disposizione diverse procedure da seguire per questo genere di analisi statistica (10; 11; 12), il cui schema di lavoro prevede essenzialmente le stesse fasi:

- NORMALIZZAZIONE DEI DATI SPERIMENTALI RISPETTO AL CONTENUTO DI RINFORZO: essendo le proprietà dei materiali compositi dipendenti dal tipo e dalla percentuale di fibre di rinforzo, per poter confrontare direttamente i valori sperimentali questi vengono normalizzati tramite il parametro del *cured ply thickness*, CPT, definito come lo spessore del singolo foglio laminato dopo il processo di cura:

$$CPT = \frac{\text{spessore provino}}{\text{n° di fogli laminati}}$$

Il valore della singola prova viene moltiplicato per il fattore $CPT_{ij}/\overline{CPT}_i$ con

i = indice del batch di appartenenza e j = indice del singolo provino. In questo modo solitamente viene anche ridotta la variabilità dei risultati, ottenendo i dati normalizzati

$$x_{ij} = \text{dato sperimentale} \cdot \frac{CPT_{ij}}{\overline{CPT}_i}$$

- **INDIVIDUAZIONE DELLE ANOMALIE:** il secondo passaggio è la ricerca di eventuali dati anomali, con una dispersione eccessiva rispetto a quella del campione di appartenenza. Si usa il metodo del *maximum normed residual*, MNR; esso è definito come:

$$MNR_{ij} = \frac{\max|x_{ij}-\bar{x}_i|}{s_i} \quad I.4.1$$

dove s_i è la deviazione standard del gruppo i di dati considerato.

Questo valore è confrontato con un valore critico tabulato calcolato come

$$MNR_C = \frac{n-1}{\sqrt{n}} \cdot \sqrt{\frac{t^2}{n-2+t^2}} \quad I.4.2$$

Questo MNR_C dipende dalla numerosità del campione in esame, n , e da un valore della distribuzione t di student con livello di significatività $\alpha=0.05$ e $n-2$ gradi di libertà. Se il singolo MNR_{ij} è maggiore del valore critico di riferimento il dato viene considerato anomalo e si cerca di chiarire il motivo di questa eccessiva dispersione (se dovuta ad errori di *set-up* o di conduzione della prova, se il provino non rispetta le tolleranze dimensionali, se ci sono stati errori nel ciclo di condizionamento del materiale...). Il dato viene scartato e si esegue di nuovo la normalizzazione ed il test MNR.

- **VERIFICA DELLA NORMALITA' DELLA DISTRIBUZIONE DEI DATI:** prima di confrontare i dati elaborati si verifica che siano distribuiti normalmente. Il test utilizzato è il test di *Shapiro-Wilk* (13). È un test per la verifica di ipotesi statistiche ed è considerato uno dei più potenti per la verifica della normalità, soprattutto per piccoli campioni. La verifica della normalità avviene rapportando due stimatori alternativi della varianza σ^2 : uno stimatore non parametrico ed il consueto stimatore parametrico, ossia la varianza campionaria. Lo statistico calcolato è perciò compreso tra 0 ed 1, viene confrontato con un valore di riferimento (in base alla numerosità della popolazione e ai gradi di libertà del sistema) e se risulta inferiore il test porta a rifiutare l'ipotesi che i dati siano normalmente distribuiti. In questo caso, il manuale sui materiali compositi (10) suggerisce di ipotizzare una distribuzione di tipo Weibull e ricavarne i parametri significativi, per poi procedere con le successive fasi dell'analisi statistica.

Una volta concluse queste operazioni preliminari vengono effettuati dei test statistici per investigare se vi siano delle differenze significative tra le medie e le varianze dei pannelli e dei batch di materiale prodotto:

- **CONFRONTO DELLE MEDIE DELLE POPOLAZIONI:** il test statistico di Levene confronta le medie delle popolazioni esaminate con un livello di affidabilità $\alpha=0.05$ ed $n-k$ e $k-1$ gradi di libertà; con $n = n^\circ$ dei campioni della popolazione e $k = n^\circ$ dei batch. Se lo statistico calcolato è superiore ad un valore di riferimento per gli stessi gradi di libertà del sistema allora l'ipotesi che le medie delle popolazioni siano uguali non viene respinta.
- **CONFRONTO TRA LE VARIANZE DELLE POPOLAZIONI:** il manuale dei materiali compositi (10) suggerisce un test ANOVA a una coda per verificare l'omogeneità delle varianze dei gruppi di risultati. Si compila la tabella ANOVA calcolando le somme degli scarti quadratici riferiti alle differenze tra i batch, SSB , nei batch, SSE e totale, SST :

$$SSB = \sum_{i=1}^k n_i \bar{x}_i^2 - n\bar{x}^2 \quad 1.4.3$$

$$SST = \sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^n x_{ij}^2 - n\bar{x}^2 \quad 1.4.4$$

$$SSE = SST - SSB \quad 1.4.5$$

Si completa la tabella ricavando MSB ed MSE definiti come

$$MSB = SSB / (k - 1) \quad MSE = SSE / (n - k) \quad 1.4.6$$

Dove n e k sono i soliti indici riferiti alla numerosità totale e al numero di batch. Anche con questo test si confronta lo statistico calcolato con un valore di riferimento e se risulta minore allora l'ipotesi di omogeneità delle varianze non viene rifiutata.

Se entrambi i test su medie e varianze risultano positivi allora si può concludere che i dati sperimentali appartengono alla stessa popolazione distribuita normalmente con media e varianza calcolata tramite gli stimatori classici. Questo implica che le differenze tra i pannelli dello stesso batch o tra i batch dello stesso materiale non siano significative per cui la riproducibilità del processo produttivo è verificata.

Il calcolo dell'ammissibile in base B della tenacità segue due distinte vie, sempre suggerite in (10) e (11), in base agli esiti dei test statistici visti in precedenza.

Innanzitutto l'ammissibile di una proprietà del materiale è il valore minimo che ci si aspetta di utilizzare nella progettazione di una struttura. Esso corrisponde al valore che almeno il 90% della popolazione supera, con una confidenza del 95%. Si tiene consapevolmente in considerazione una probabilità di errore del primo tipo (α , che equivale a non rifiutare l'ipotesi

di partenza quando sia falsa) del 5%. Ciò significa che possono esserci dei campioni la cui tenacità abbia una probabilità del 5% di essere inferiore all'ammissibile. Gli ammissibili sono usati nel calcolo strutturale, includendo coefficienti di sicurezza idonei.

L'ammissibile statistico tiene in considerazione la natura stocastica della proprietà del materiale considerandola come una variabile random che segue una certa distribuzione di probabilità. In base al tipo di distribuzione identificata e alle differenze statistiche tra i dati (significative, non significative), l'ammissibile viene calcolato secondo una procedura standard od una alternativa che restituisce un valore conservativo di questa grandezza:

- **AMMISSIBILE STANDARD:** nel caso in cui i dati elaborati possano ritenersi appartenenti alla stessa popolazione si calcola la media e la deviazione standard con gli stimatori classici e si ricava il fattore limite di tolleranza a una coda k_b , dipendente dalla numerosità del campione n e dal grado di libertà $n-1$. k_b è calcolato come $1/\sqrt{n}$ moltiplicato per lo 0.95esimo quantile di una distribuzione t con parametro di non centralità $1.282\sqrt{n}$ e $n-1$ gradi di libertà. k_b è stato approssimato secondo la formula

$$k_b \approx 1.282 + \exp\{0.958 - 0.520 \ln(n) + 3.19/n\} \quad I.4.7$$

ed è tabulato (10). Conoscendo \bar{x} , s e k_b , l'ammissibile in base B si calcola come:

$$V_B = \bar{x} - (s \cdot k_b(n)) \quad I.4.8$$

- **AMMISSIBILE CONSERVATIVO:** qualora i dati elaborati mostrino differenze significative tra medie o varianze, non è possibile considerarli appartenenti alla stessa popolazione e si stima una diversa deviazione standard dei dati:

$$S = \sqrt{\frac{MSB}{n'} + \left(\frac{n'-1}{n'}\right) MSE} \quad I.4.9$$

MSB ed MSE sono le medie quadratiche calcolate nella tabella ANOVA (equazione I.4.6), mentre n' è una numerosità effettiva della popolazione (poiché i batch testati possono non avere lo stesso numero di campioni) definita come

$$n' = \frac{n-n^*}{k-1} \quad I.4.10$$

$$\text{Con } n^* = \sum_{i=1}^k \frac{n_i^2}{n} \text{ e } n = \sum_{i=1}^k n_i$$

Si stima anche un diverso fattore limite di tolleranza

$$T = \frac{k_n - k_k / \sqrt{n'} + (k_k - k_n)w}{1 - \frac{1}{\sqrt{n'}}} \quad I.4.11$$

Dove k_n e k_k sono i fattori limite di tolleranza, ricavati dalla medesima tabella del caso precedente, per un campione distribuito normalmente con numerosità n e k rispettivamente. Il parametro w è definito in questo modo:

$$w = \sqrt{\frac{u}{u+n'-1}} \text{ mentre } u = \frac{MSB}{MSE}.$$

L'ammissibile calcolato in questa maniera è

$$V_B = \bar{x} - T \cdot S \quad I.4.12$$

Un terzo metodo per calcolare l'ammissibile della tenacità interlaminare è contenuto nel rapporto tecnico di Airbus (12). Il metodo fa sempre riferimento a k_b e al coefficiente di variazione della popolazione, definito come $C_V = \frac{s}{\bar{x}}$. Per cui l'ammissibile è

$$V_B = \bar{x} \cdot \frac{1 - k_b C_V}{1 + 1.6449 \cdot \frac{C_V}{\sqrt{n}}} \quad I.4.13$$

Capitolo II - Dettagli sperimentali

II.1 - Materiali

I materiali compositi in esame sono prodotti a partire da singoli fogli laminati di tessuti di carbonio, con differente tessitura, pre-impregnati con resina epossidica tenacizzata con gomma, prodotti da *Hexcel*®. Due diverse formulazioni di resina (*Hexcel Ply*® 914 e *Hexcel Ply*® 8552), sono combinate con due differenti tipologie di tessuti (5HS e 8HS) ottenuti dallo stesso tipo di fibre di carbonio ad alta resistenza (*Tow AS4C-3K*). Il dettaglio delle formulazioni delle resine non è disponibile per questioni di riservatezza commerciale. In *Tabella II.1* sono elencate le principali proprietà delle resine epossidiche utilizzate (14; 15); le caratteristiche principali delle fibre di rinforzo, contenute nella scheda tecnica del produttore, sono elencate in *Tabella II.2*. I fili intrecciati sono costituiti da 3000 filamenti di fibre *Hexcel*® AS4C. Sono state impiegate due differenti tessiture di tipo raso (*satini*): 8HS e 5HS. La denominazione dei tessuti specifica che trama e ordito si intersecano rispettivamente ogni 8 e 5 filamenti, come rappresentato in *Figura I.4e* in *Figura I.5*.

	<i>Hexcel Ply</i> ® 914	<i>Hexcel Ply</i> ® 8552
Tg [°C]	190	195
Densità dopo reticolazione [g/cm³]	1.29	1.30
Resistenza a trazione [MPa]	45	121
Modulo a trazione [GPa]	3.9	4.7
Tenacità in modo I, G_{IC} [J/m²]	103	680

Tabella II.1. Proprietà delle resine epossidiche; Hexcel Ply 914, media tenacità; Hexcel Ply 8552, alta tenacità

	Valore
Diametro filamenti [µm]	7
N° filamenti per tow [-]	3000
Percentuale di carbonio [%]	94
Tow cross section [mm²]	0.11
Massa lineare [TEX]	210
Densità [g/cm³]	1.78
Resistenza a trazione [MPa]	4.5
Modulo a trazione [GPa]	231
Allungamento a rottura [%]	1.8

Tabella II.2. Proprietà delle fibre di carbonio utilizzate per produrre i fasci (tows) dei tessuti di rinforzo

I due tessuti sono simmetrici e bilanciati dal momento che la densità numerica di fili è la stessa sia nella direzione della trama che dell'ordito. Il peso per unità di superficie dei due tessuti è rispettivamente: 373 g/m^2 per l'AGP370-8H (16) e 285 g/m^2 per l'AGP280-5H (17). Un'ultima caratteristica, importante dal punto di vista delle proprietà del materiale, è la percentuale di resina presente nel preimpregnato, che prima della cura è di circa il 37-38% per tutti e tre i materiali.

In base alla resina e al tessuto ci si riferirà ai tre materiali come: 5HS_8552, 8HS_8552, i due compositi con resina ad alta tenacità; 5HS_914 il composito con resina a media tenacità. Per distinguere i diversi batch di produzione si aggiunge un suffisso B#: 8HS_8552_B1, 8HS_8552_B2 ...

II.2 - Preparazione dei provini

I laminati sono stati realizzati presso la sede di Alenia Aermacchi, così che venissero rispettate le procedure e gli standard qualitativi aziendali, per poter poi valutare le possibili variabili produttive tra i diversi pannelli dello stesso batch e tra i diversi batch di ogni materiale.

I rotoli di tessuto preimpregnato sono stoccati ad una temperatura di -18°C . Il preimpregnato deve quindi essere riscaldato (impiegando all'incirca 24 ore) fino a temperatura ambiente per poter essere lavorato. Una volta condizionati i rotoli, si procede con il taglio delle lamine (*ply*) necessarie alla laminazione dei pannelli. Questa operazione è effettuata mediante un plotter da taglio a lama *Lectra*®, appositamente studiato per il taglio di materiali compositi.

I fogli di preimpregnato vengono posizionati all'interno dello stampo e vengono allineati dalle sponde metalliche per garantire sempre un rispetto rigoroso del codice di laminazione. Lo stampo è trattato con un materiale distaccante per agevolare l'estrazione del pannello dopo il ciclo di cura. I due materiali con tessuto 5HS sono costituiti da 16 fogli laminati tutti a 0° rispetto alla direzione dell'ordito. Il materiale con tessuto 8HS è invece costituito da 12 fogli sempre laminati a 0° .

Le prove di tenacità a frattura richiedono che all'interno del campione da testare venga introdotto un difetto di dimensioni note. La delaminazione iniziale, posizionata nella mezzeria del provino, si ottiene inserendo un film di materiale distaccante, tipicamente *Politetrafluoroetilene (PTFE)*, in fase di produzione del composito (*Figura II.1*). In accordo con le norme di riferimento (18; 19; 20; 21), lo spessore del film è di $13\ \mu\text{m}$. Durante la fase di laminazione inevitabilmente si forma una regione ricca di matrice al termine del film (*Figura II.2*). Questa regione avrà una risposta interlaminare differente dal resto del materiale (22; 23); per questo motivo la cricca viene fatta propagare per un certo tratto (*precricca*) prima della prova di frattura vera e propria.

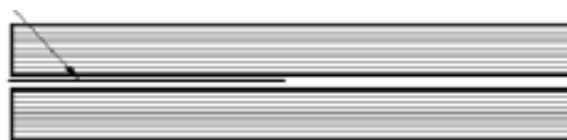


Figura II.1. Film di PTFE inserito nella mezzeria delle lamine preimpregnate durante la fase di laminazione del composito per ottenere la delaminazione iniziale

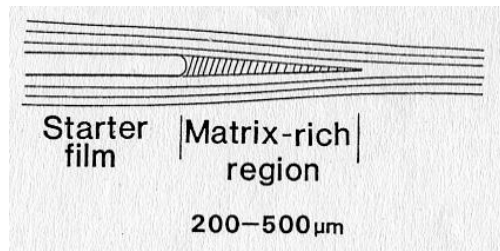


Figura II.2. Regione ricca di matrice accumulata all'estremità del film di PTFE in fase di laminazione del composito

L'estrazione dei campioni dal laminato, pur non essendo una delle operazioni più critiche, deve essere effettuata con la dovuta attenzione in quanto, se non attuata in modo corretto, può inficiare i risultati delle prove. I provini sono stati estratti dai pannelli con una fresa a controllo numerico. Con questo macchinario si riesce ad ottenere un'accuratezza dimensionale non riproducibile da un taglio manuale con lama diamantata. L'errore relativo massimo sulla larghezza (l) dei campioni è pari allo 0.4%. Questa tecnologia consente quindi di rispettare le stringenti tolleranze dimensionali richieste dalle normative di riferimento (18). Lo schema di estrazione prevede il taglio di 30 provini per pannello, 15 per ogni lato (Figura II.3).

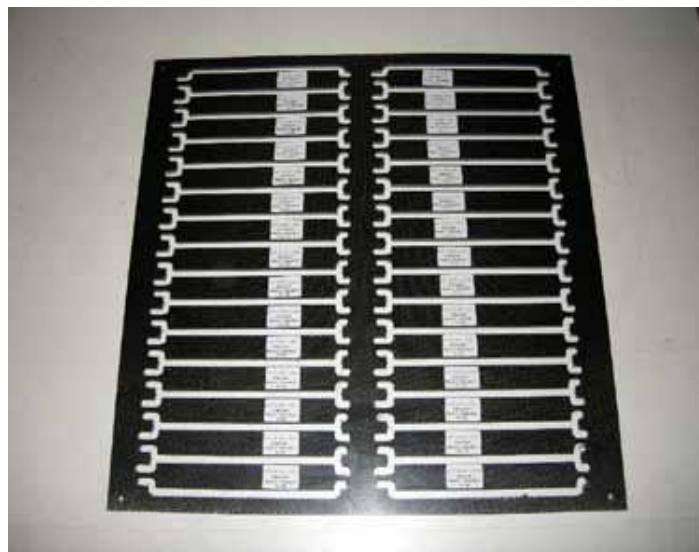


Figura II.3. Pannello laminato dopo l'operazione di taglio dei provini

Inoltre per poter trasmettere il carico al provino durante la prova è necessario un mezzo di collegamento alle traverse del dinamometro. Si incollano dunque dei tacchi in alluminio all'estremità del laminato (Figura II.5). Per garantire una sollecitazione quanto più simmetrica possibile è necessario prestare attenzione durante la fase di incollaggio e assicurarsi che i tacchi siano allineati tra loro e con il provino. Il corretto allineamento si ottiene utilizzando un attrezzo apposito (Figura II.4) nel quale due barre cilindriche tengono i tacchi in linea con il castello di fissaggio (particolare 2 in Figura II.4), mentre i provini sono vincolati perpendicolarmente ad essi da dei pioli (particolare 1 in Figura II.4).

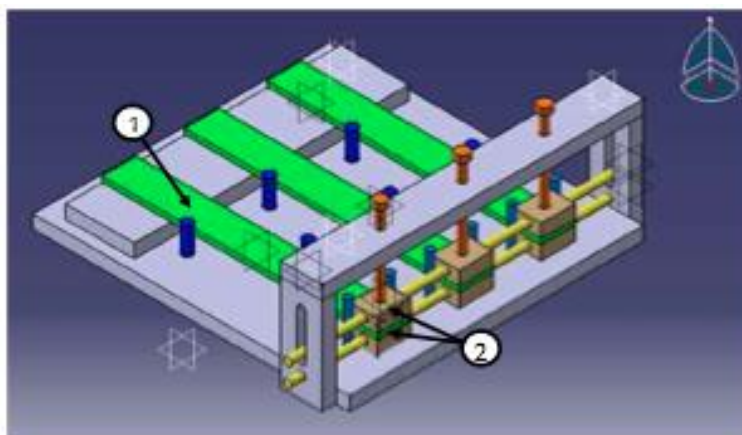


Figura II.4. Attrezzo per l'allineamento dei tacchi con i provini durante il loro incollaggio

Il suddetto attrezzo consente la preparazione simultanea di 3 campioni, che vengono incollati utilizzando le seguenti resine bi-componente epossidiche: 3M DP490, per test a temperatura ambiente e bassa temperatura, 3M DP760, per i test ad alta temperatura. Sia i blocchetti che i provini sono stati abrasati mediante carta vetrata, per avere una rugosità superficiale maggiore e idonea all'incollaggio, seguita da pulizia delle superfici mediante acetone. Sopra il castello di fissaggio vi sono delle viti che permettono di applicare una leggera pressione al sistema provino+tacchi durante la cura, che avviene a temperatura ambiente per circa 2 ore e poi a 80°C per 60 minuti in stufa.

Per poter monitorare costantemente la posizione della cricca durante la prova, il fianco del provino è stato verniciato con vernice acrilica bianca ed è stata disegnata una scala graduata. Il passo di tale scala suggerito dalle norme è di 1 mm per i primi 10 mm di propagazione e successivamente di 5 mm per i restanti 50 mm di lunghezza utile di delaminazione (18). Tuttavia per avere misure della posizione dell'apice del difetto con la stessa precisione si è deciso di graduare il provino ogni millimetro per tutta la lunghezza utile di prova (*paragrafo III.1.1*).

II.3 - Metodi sperimentali per la determinazione della tenacità a frattura interlaminare in modo I e modo II

In questo lavoro la resistenza a frattura interlaminare dei materiali è valutata con prove di sollecitazione in modo I e modo II. Sollecitazioni simili sono ottenibili con diverse configurazioni geometriche. Dati i problemi che presenta ciascun tipo di prova, solo alcune tipologie sono state oggetto di norma da parte di enti internazionali (ASTM (18), ISO (19), JIS (20)) che forniscono indicazioni e riferimenti in merito alla loro esecuzione.

Per il modo I la geometria preferita è il *double cantilever beam* (DCB) (18; 22), mentre per il modo II non esiste ancora un protocollo standard ma è consuetudine effettuare delle prove di flessione in tre punti con provini fessurati ad una estremità (*End Notched Flexure*, ENF) (24; 25).

Sono stati proposti dei protocolli da ASTM (26) a riguardo che forniscono delle linee guida per lo svolgimento delle prove. Le norme attualmente esistenti si riferiscono tuttavia solo a compositi laminati unidirezionali, per cui la loro applicazione per compositi rinforzati con tessuti richiede attenzione in fase di riduzione dei dati, poiché i meccanismi di cedimento sono più complessi (*paragrafo II.4 -*).

L'obiettivo del lavoro è valutare le differenze tra i materiali e studiare l'influenza della temperatura sul loro comportamento. Le altre condizioni di prova (umidità relativa, velocità di spostamento) sono state mantenute costanti. Le prove sono state effettuate con un dinamometro elettromeccanico *Instron 1185-R5800* con una cella di carico da 10kN.

I provini utilizzati per le prove DCB e ENF hanno le stesse dimensioni, e presentano una delaminazione iniziale artificiale ottenuta inserendo in fase di laminazione un film di PTFE ad una estremità sul piano medio del laminato (*Figura II.5*)



Figura II.5. Geometria dei provini DCB e ENF

Per risolvere l'inconveniente della zona ricca di matrice presente al termine della delaminazione introdotta in fase di produzione dei pannelli di materiale, le norme suggeriscono (per entrambe le tipologie di prove) di precriccare i provini. La cricca viene fatta propagare per alcuni millimetri con una sollecitazione in controllo di spostamento in modo I.

Il difetto generato ha dimensioni note, ha un apice acuto ed è lontano dalla zona a tenacità maggiore dove la resina si era accumulata.

Il fronte della cricca può essere facilmente riconosciuto (visivamente durante la precricatura) e la propagazione è di tipo stabile per cui non si incorre nel rischio di avere una rottura prematura del campione. Studi comparativi sulle tenacità a frattura determinate nelle prove *ENF* hanno mostrato che senza precrack si ricavano valori sensibilmente più alti. L'arrotondamento dell'apice del difetto e la deformazione a taglio della resina pura sono i due meccanismi che inducono una maggiore dissipazione di energia all'innesco. Se il precrack invece viene effettuato in modo I o II si ottengono valori inferiori. Tuttavia, i risultati di provini precriccati in modo I sono i più consistenti e conservativi (27), e il precrack viene così effettuato in modo I anche per le prove *ENF*.

Per lavorare in condizioni di deformazione piana, condizione più critica per il materiale, ed avere valori di tenacità a frattura più conservativi da utilizzare nel calcolo strutturale, sono suggerite delle geometrie particolari per i test di delaminazione (6). Ad esempio la norma ASTM (18) prevede che

$$a, B, (w - a) > 2.5 \left(\frac{K_I}{\sigma_y} \right)^2 \quad II.3.1$$

Dove a è la dimensione del difetto, B lo spessore, $(w-a)$ la lunghezza del tratto non delaminato, e σ_y lo sforzo di snervamento del materiale.

II.3.1 - Prove di delaminazione in modo I (DCB)

Per i test di delaminazione in modo I si impiegano provini di tipo DCB (*Figura II.5*), la cui geometria è assimilabile ad una trave snella, con un difetto iniziale di dimensioni note. Le modalità di prova sono state recentemente codificate dalle normative ASTM D5528 (18) e ISO 15024 (19). Le prove vengono condotte in controllo di spostamento. Lo schema della prova è presentato in *Figura II.6*. Il carico viene trasmesso da spine collegate con gli afferraggi del dinamometro e a loro volta inserite in talloni di alluminio incollati su un'estremità del provino (*paragrafo II.2 -*). Le dimensioni dei talloni devono essere ridotte per limitare l'influenza sul comportamento del provino (22); a tal proposito si utilizzeranno dei fattori correttivi che terranno conto della loro presenza in fase di riduzione dei dati sperimentali.

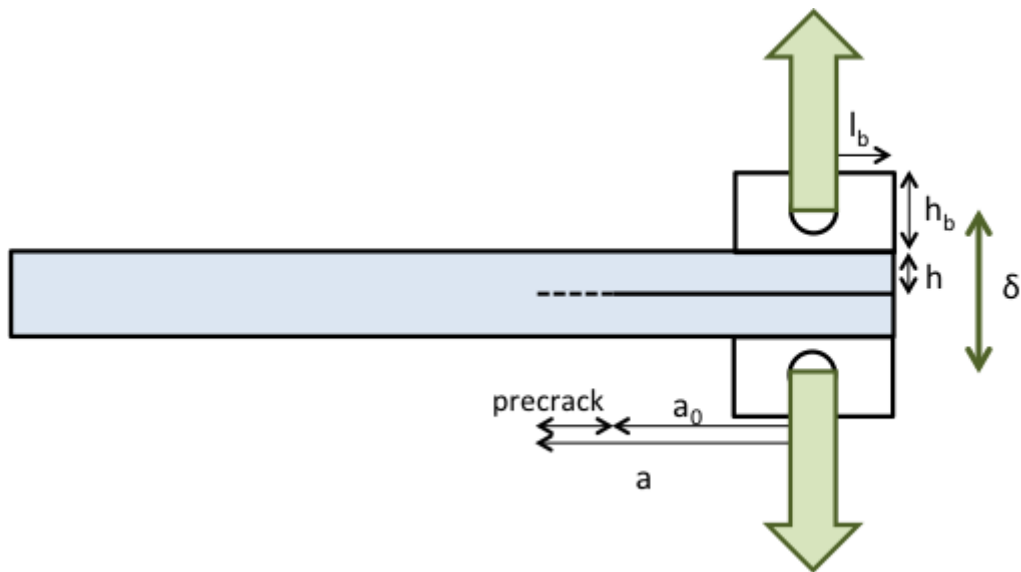


Figura II.6. Schema di una prova DCB; provino con delaminazione iniziale; tacchi per l'applicazione del carico P nel verso indicato dalle frecce; quotatura delle dimensioni dei tacchi e del difetto (lunghezza iniziale, a_0 , e precrack); apertura δ dei bracci del provino acquisita durante la prova

Le grandezze misurate durante la prova sono lo spostamento degli afferraggi δ , il carico P e la dimensione del difetto a (Figura II.6).

Per la riduzione dei dati sono presentati diversi metodi e le relative correzioni sperimentali, tutti basati sull'equazione di Irwin e Kies (presentata in (5)) e sull'espressione della cedevolezza:

- BEAM THEORY: basato sull'analisi della teoria delle travi proposta nel paragrafo I.3 -. In una sollecitazione in modo I i momenti agenti sui bracci del provino sono uguali ed opposti e valgono (Figura II.7):

$$M_2 = M_1 = P \cdot a$$

II.3.2

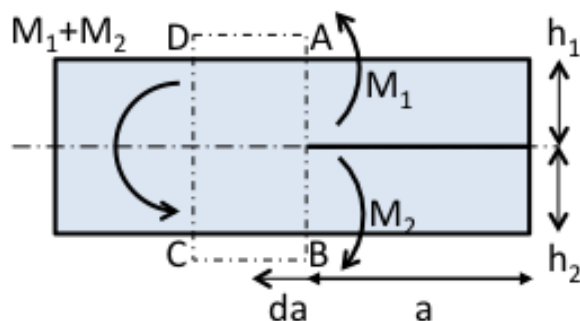


Figura II.7. Schema delle azioni interne (momenti) in un provino sollecitato in modo I considerate sul contorno ABCD

Siccome la delaminazione è inserita centralmente nello spessore del provino e propaga sullo stesso piano $h_1 = h_2$ e sostituendo nella *equazione I.3.8* si ricava $G_{II} = 0$ e

$$G_I = \frac{12P^2 a^2}{B^2 h^2 E_1} \quad II.3.3$$

Si giunge alla stessa conclusione partendo dalla relazione di Irwin e Kies (*equazione I.3.9*) dove la cedevolezza per definizione è $C = \delta/P$ e, secondo la proposta di Gillman (22), trova espressione analitica:

$$C = \frac{8a^3}{Bh^3 E_1} \quad II.3.4$$

Si ricava dunque la stessa formula per G_C , o in alternativa

$$G_I^{BT} = \frac{3P\delta}{2aB} \quad II.3.5$$

- CORRECTED BEAM THEORY: l'equazione della cedevolezza ricavata dalla teoria delle travi ipotizza l'esistenza di un incastro a rigidità infinita in corrispondenza dell'apice del difetto. In assenza di difetto, cioè per $a=0$, la cedevolezza sperimentale dovrebbe risultare nulla. Un modello proposto da Kanninen (22) tiene conto invece di una deflessione e una rotazione all'apice della cricca che modificano tale valore. Hashemi e Williams sfruttando questo modello, hanno quantificato la correzione da apportare con un parametro Δ , una lunghezza da sommare alla dimensione reale della cricca.

Dalla teoria delle travi si ha che $C \propto a^3$, si misurano diversi valori di cedevolezza a diverse lunghezze di cricca e si effettua una regressione lineare dei punti ottenuti su un grafico $C^{1/3}$ vs a ; allora Δ è l'intercetta sull'asse delle ascisse della retta ottenuta (Figura II.8). La tenacità si calcola come

$$G_I^{CBT} = \frac{3P\delta}{2B(a+\Delta)} \quad II.3.6$$

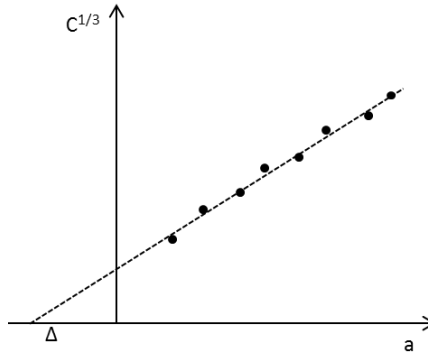


Figura II.8. Applicazione del modello della CBT: determinazione sperimentale del parametro Δ

- COMPLIANCE CALIBRATION: questo metodo prevede una calibrazione sperimentale della cedevolezza ed è basato sulla proposta di Berry (22). Dalla teoria delle travi, la deflessione è espressa come

$$\delta = \frac{Pa^3}{3EI} \quad II.3.7$$

ed è valida in presenza di un incastro ideale. Poiché nei DCB l'apice del difetto non è un vincolo perfetto vi sarà una differenza rispetto alla semplice teoria, e se ne tiene conto introducendo due parametri n, H tali che

$$\delta = \frac{Pa^n}{H} \quad C = \frac{Pa^n}{H} \quad II.3.8$$

Entrambi vengono determinati sperimentalmente. Confrontando le equazioni II.3.6 e II.3.7 si evince che H dipende dalle proprietà elastiche del materiale e dalla geometria del corpo, mentre n è la pendenza della regressione lineare dei punti ottenuti sul grafico di $\log C$ vs $\log a$ (Figura II.9):

$$G_I^{CC} = \frac{nP\delta}{2Ba} \quad II.3.9$$

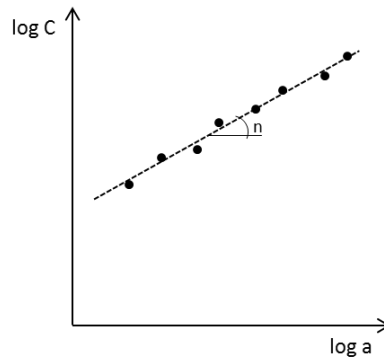


Figura II.9. Applicazione del modello CC: determinazione sperimentale del parametro n

- MODIFIED COMPLIANCE CALIBRATION: è un metodo concettualmente simile al precedente, proposto da Kageyama e Hojo (presentato in (25)). Si valuta la cedevolezza in funzione della dimensione del difetto ma con una diversa correlazione

$$C = \frac{1}{A_1^3} \left(\frac{a}{h}\right)^3 \quad II.3.10$$

diagrammando a/h vs $C^{1/3}$ (Figura II.10) si ottiene A_1 come pendenza della retta di regressione lineare e

$$G_I^{MCC} = \frac{3P^2 C^{2/3}}{2A_1 B h} \quad II.3.11$$

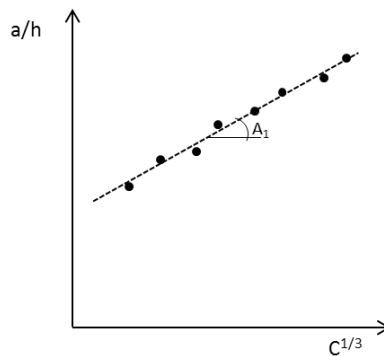


Figura II.10. Applicazione del modello MCC: determinazione sperimentale del parametro A_1

II.3.1.1 - Fattori correttivi

I compositi studiati hanno una matrice tenacizzata, per cui le deflessioni possono diventare elevate rispetto ad a , violando le ipotesi di cinematica lineare. In più i carichi sono trasmessi dai talloni incollati in alluminio e questi modificano la rigidità del sistema. Possono rendersi così necessari dei fattori correttivi che tengano conto di queste particolarità (22). Innanzitutto l'elevata flessione dei bracci porta ad un avvicinamento della linea di applicazione del carico

rispetto all'apice del difetto. La distanza effettiva è dunque \bar{X} (Figura II.11) e non a . Il parametro F corregge l'effetto dell'avvicinamento e dipende dalla geometria del provino e dall'apertura dei bracci:

$$F = 1 - \frac{3\delta^2}{10a^2} - \frac{3\delta l_1}{2a^2} \quad II.3.12$$

Nella formula compaiono lo spostamento δ , la lunghezza di cricca a e la distanza tra il piano di delaminazione e la mezzzeria del tacco l_1 (Figura II.6). I blocchetti in alluminio invece irrigidiscono il sistema all'estremità dove sono incollati e il parametro N va a modificare il valore della cedevolezza usata nei calcoli, definita ora come C/N , con

$$N = 1 - \frac{l_2^3}{a^3} - \frac{9\delta l_1}{8a^2} \left[1 - \frac{l_2^2}{a^2} \right] - \frac{9\delta^2}{35a^2} \quad II.3.13$$

Il valore di tenacità a frattura verrà perciò moltiplicato per un fattore F/N .

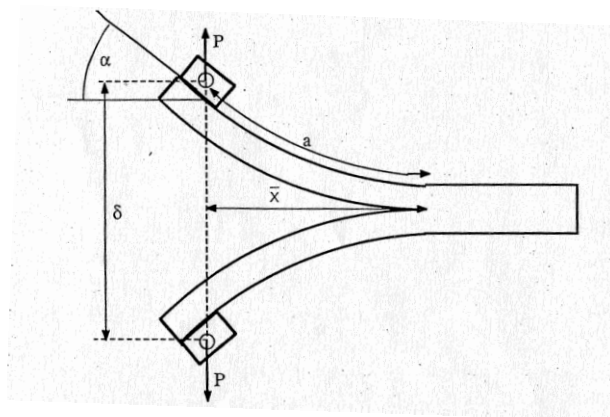


Figura II.11. Avvicinamento della linea di applicazione del carico in seguito alla flessione dei bracci del provino

II.3.1.2 - Stabilità

Nel paragrafo I.2.6 - è stato definito un criterio di stabilità secondo il quale, per $dG/da < dR/da$ l'energia dissipata non supera mai la resistenza del materiale e la propagazione avviene stabilmente. Utilizzando l'equazione II.3.2 della teoria delle travi e sostituendo $C=\delta/P$ si arriva a

$$\frac{dG}{da} = \frac{-4\delta^2 a}{C^2 B E_1} \quad II.3.14$$

Essendo questa quantità sempre negativa, ed essendo dR/da positivo poiché la resistenza del materiale aumenta con le dimensioni del difetto (o quanto meno rimane costante, paragrafo I.2.6 -), in una prova DCB condotta in controllo di spostamento si ha generalmente propagazione stabile. La stabilità dipende però anche dal tipo di sollecitazione (condizioni di controllo di spostamento o di carico) e dalla velocità di sollecitazione (5), che influenzano la

forma della curva $R(\Delta a)$. Le normative (18; 19) suggeriscono di effettuare le prove in controllo di spostamento ad una velocità inferiore ai 5 mm/min per mantenersi ragionevolmente all'interno del campo di propagazione stabile.

II.3.2 - Prove di delaminazione in modo II (ENF)

Per la determinazione della tenacità a frattura in modo II sono state proposte diverse configurazioni di test (24; 28; 29); una delle più impiegate è la *End Notched Flexure* (ENF).

In questa tipologia di prova si utilizzano gli stessi provini utilizzati per le prove di delaminazione in modo I DCB, *Figura II.5*, e il set-up della macchina di prova è semplice.

Per questi motivi la prova in flessione a tre punti con provino ENF è già normata in Giappone (20), ed è sotto revisione da parte di ASTM per promuoverla definitivamente come proprio standard.

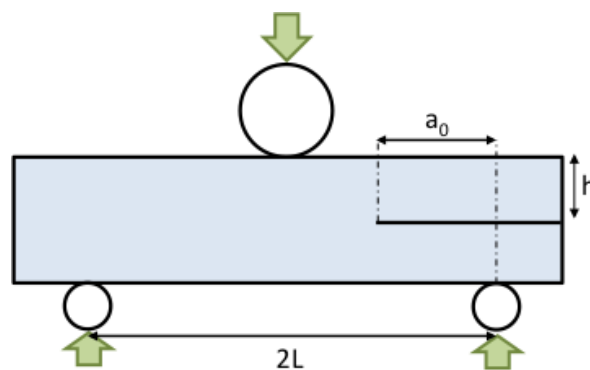


Figura II.12. Schema di una prova ENF; provino appoggiato su due pin posti ad una distanza L dal centro e vincolato superiormente da un pin centrale; carico applicato nelle direzioni indicate dalle frecce; lunghezza del difetto iniziale a_0

La configurazione di prova (*Figura II.12*) prevede che il provino sia appoggiato su due pin ad una distanza fissa (*span*) $2L$ ed è vincolato superiormente da un pin centrale. Il provino è sottoposto ad una flessione in tre punti che corrisponde ad una sollecitazione in modo II puro. In particolare il provino è soggetto sia alla flessione che ad un taglio trasversale (*Figura II.13*), e ad entrambi corrispondono determinati meccanismi che generano la forza motrice per l'avanzamento della cricca al suo apice (27).

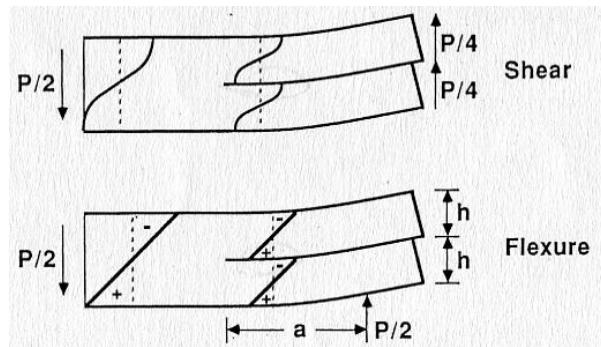


Figura II.13. Meccanismi di generazione di forza motrice per l'avanzamento della cricca in modo II: flessione dei bracci del provino e sforzo di taglio trasversale

La forza di taglio genera sforzi di taglio interlaminari con singolarità all'interfaccia (Figura II.13) che distorcono la sezione del braccio del provino. L'effetto più importante è però lo scorrimento relativo tra le due facce separate dalla delaminazione dovuto alla flessione. All'interfaccia gli sforzi sono tensili sul braccio superiore e compressivi sul braccio inferiore. Sia la flessione che il taglio trasversale sono sensibili alla lunghezza di cricca e allo spessore del campione (il taglio, in particolare, al loro rapporto) e al modulo elastico del materiale (27).

Per calcolare G sono stati proposti diversi modelli basati sulla teoria delle travi:

- BEAM THEORY: questo modello si basa su una deformazione a taglio nella zona non fratturata e su una soluzione elastica approssimata per la flessione di una trave caricata all'estremità (30). L'ipotesi è che le estremità della trave possano deformarsi liberamente sotto l'azione degli sforzi di taglio, idealizzando così l'effetto della loro singolarità all'interfaccia. Dalle equazioni della teoria delle travi presentate nel capitolo I.3 -, trascurando le deformazioni taglianti lungo la sezione del provino si ha (Figura II.14):

$$M_2 = M_1 = -\frac{Pa}{4} \quad II.3.15$$

Sostituendola nelle espressioni di G risulta $G_I=0$ e

$$G_{II} = \frac{9P^2a^2}{4EB^2h^3} \quad II.3.16$$

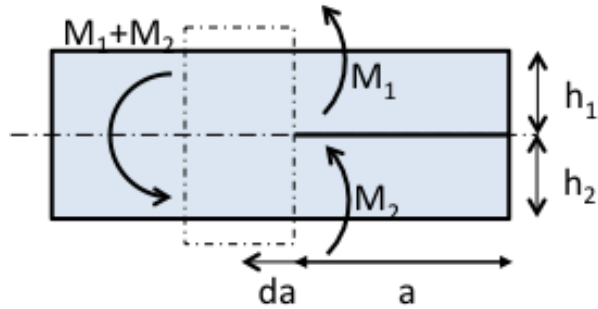


Figura II.14. Schema delle azioni interne (momenti) agenti sul contorno tratteggiato in un provino sollecitato in modo II

L'espressione analitica della cedevolezza, per poter ricavare il tasso di rilascio di energia partendo dall'equazione di Irwin-Kies, assume che le estremità possano deformarsi liberamente e trascura lo sforzo di taglio trasversale (plausibile per materiali con alta rigidità trasversale e un rapporto h/a piccolo) ed è stata proposta da Russel e Street (presentata in (27)):

$$C = \frac{\delta}{P} = \frac{3a^3 + (2L)^3}{8EBh^3} \tag{II.3.17}$$

Per cui

$$G_{II}^{BT} = \frac{9P\delta}{2B} \left(\frac{a^2}{3a^3 + (2L)^3} \right) \tag{II.3.18}$$

- CORRECTED BEAM THEORY: questo modello incorpora l'effetto del taglio e propone un modello più realistico per rappresentare il comportamento dei materiali compositi a bassa rigidità interlaminare. Carlsson e Gillespie (27) basandosi sulla teoria delle travi di Timoshenko, con l'assunzione di uno sforzo di taglio costante lungo lo spessore della trave e perpendicolare alla trave stessa, hanno proposto una nuova espressione per la cedevolezza

$$C = \frac{2L^3 + 3a^3}{8E_1 B h^3} \left(1 + \frac{2(1.2L + 0.9a)h^3 E}{(2L^3 + 3a^3)G_{13}} \right) \tag{II.3.19}$$

Sostituendola nell'equazione si ricava

$$G_{II}^{CBT} = G_{II}^{BT} \left(1 + 0.2 \frac{E}{G_{13}} \frac{h^2}{a^2} \right) \tag{II.3.20}$$

Il modulo elastico può essere ricavato mediante prova di trazione monoassiale o mediante calibrazione sperimentale:

$$E_{11} = \frac{L^3}{4BC_0h^3} \quad II.3.21$$

Quest'ultimo metodo non è molto attendibile poiché C_0 , la cedevolezza della trave in assenza dell'inserito ($a=0$), viene misurata nella prova di calibrazione che restituisce valori molto dispersi tra loro (27). G_{13} può essere invece approssimato a G_{12} avendo i laminati tessuti un comportamento quasi isotropo.

- **EXPERIMENTAL COMPLIANCE CALIBRATION:** questo metodo è proposto nel protocollo ESIS (29) e si basa sulla calibrazione sperimentale della cedevolezza per ricavarne un'espressione da utilizzare nell'equazione 1.3.9. Si effettuano prove in controllo di spostamento variando di volta in volta la lunghezza di cricca facendo scorrere il provino sugli afferraggi. Si raggiunge un valore fissato del carico P e si ottengono valori della cedevolezza a diverse lunghezze di cricca dalla pendenza delle curve di carico. Essendo $C \propto a^3$ si effettua poi un'interpolazione lineare dei valori di C diagrammati in funzione di a^3 (Figura II.15). Il coefficiente angolare della retta di regressione lineare m e l'intercetta con l'asse delle ordinate C_0 vengono utilizzati per definire la cedevolezza come:

$$C = C_0 + ma^3 \quad II.3.22$$

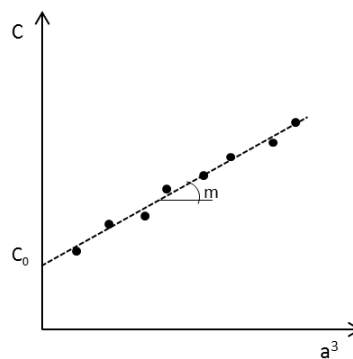


Figura II.15. Applicazione del modello ECC: determinazione sperimentale dei parametri m e C_0

Il tasso di rilascio di energia diventa

$$G_{II}^{ECC} = \frac{3m^2P^2}{2B} \quad II.3.23$$

Dal momento che la calibrazione della cedevolezza è molto soggetta a incertezza sperimentale (25), utilizzando questo metodo si ottengono valori più dispersi di G rispetto a quelli valutati con la BT o CBT.

II.3.2.1 - Fattori correttivi

Nel caso in cui gli spostamenti diventino rilevanti durante la prova, si possono introdurre dei fattori correttivi come per il modo I. Il fattore F corregge la lunghezza del braccio della forza che si avvicina all'apice del difetto per grandi spostamenti e dipende dalla metà della lunghezza dello *span*, L , dallo spostamento, δ , e dalla lunghezza di cricca, a , secondo questa espressione

$$F = 1 - \theta_1 \left(\frac{\delta}{L}\right)^2 \quad II.3.24$$

Dove

$$\theta_1 = \frac{3\left\{15\left[1-\left(\frac{a}{L}\right)^3\right]^2 - 40\left(\frac{a}{L}\right)^2\left[1-\left(\frac{a}{L}\right)^3\right] + 48\left(\frac{a}{L}\right)^4\right\}}{5\left[2+3\left(\frac{a}{L}\right)^3\right]^2} \quad II.3.25$$

La cedevolezza viene corretta anche in questo caso con un fattore N e si esprime come $C = C_0 \cdot N$ dove

$$N = 1 + \theta_2 \left(\frac{\delta}{L}\right)^2 \quad II.3.26$$

$$\theta_2 = \frac{3\left\{37+147\left(\frac{a}{L}\right)^3 + 210\left(\frac{a}{L}\right)^6 + 105\left(\frac{a}{L}\right)^9\right\}}{35\left[2+3\left(\frac{a}{L}\right)^3\right]^3} \quad II.3.27$$

Il tasso di rilascio di energia corretto viene moltiplicato per un fattore F/N :

$$G_{II} \Rightarrow G_{II} \frac{F}{N} \quad II.3.28$$

II.3.2.2 - Stabilità

Utilizzando come per il modo I il criterio di stabilità di propagazione della cricca

$$\frac{dG_{II}}{da} \leq 0 \text{ con } \left(\frac{dR}{da} = 0\right) \quad II.3.29$$

e sostituendo l'espressione di G_{II} per una prova condotta in controllo di spostamento si ha

$$\frac{dG_{II}}{da} = \frac{9\delta^2 a}{8E_{11}B^2h^3C^2} \left[1 - \frac{9a^3}{2L^3+3a^3}\right] \leq 0 \quad II.3.30$$

La propagazione risulta stabile quando

$$a \geq \frac{L}{\sqrt[3]{3}} \approx 0.7L \quad II.3.31$$

La geometria della prova ENF prevede solitamente $a \approx 0.5L$ per cui la propagazione è tendenzialmente instabile ed è possibile ricavare solo valori per l'innesco.

II.3.2.3 - Effetto dell'attrito

Nelle prove di delaminazione in modo II la modalità di propagazione per scorrimento relativo delle facce della cricca introduce un ulteriore problema alla determinazione del corretto valore di tenacità: l'attrito tra le superfici di frattura. L'attrito è un meccanismo di dissipazione energetica aggiuntivo di difficile valutazione che porta ad un aumento della tenacità a frattura misurata e comporta una riduzione della cedevolezza del provino.

Carlsson e Gillespie (27) hanno proposto una modifica alla teoria delle travi che includa l'effetto dell'attrito dinamico usando la legge di Coulomb $F_{ATT}(x) = \mu N(x)$

Dove μ è il coefficiente di attrito dinamico mentre $N(x)$ è la distribuzione degli sforzi normali. Tenendo conto dell'anisotropia del materiale e della localizzazione del fenomeno alla regione delaminata in prossimità dell'appoggio (Figura II.16), la distribuzione viene approssimata ad una delta di Dirac:

$$N(x) = \frac{1}{4}P\delta(x) \quad II.3.32$$

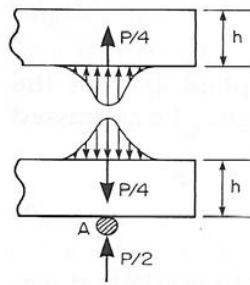


Figura II.16. Distribuzione schematica degli sforzi normali nella zona delaminata in prossimità dell'appoggio (A)

Sostituendo la distribuzione con un carico puntuale applicato dove la deformazione di scorrimento è massima, il lavoro compiuto dalla forza d'attrito viene stimato per eccesso integrando la forza per la deformazione ricavata dalla teoria delle travi:

$$W_f \leq \frac{1}{4}\mu P \Delta u(0) = \frac{3P^2 \mu a^2}{8E_{11} B h^2} \quad II.3.33$$

Sommando questo contributo al bilancio energetico impostato per risalire al tasso di rilascio di energia si ricava quindi:

$$G_{II}^{ATT} = G_{II}^{BT} \left(1 - \frac{4h}{3a} \mu \right) \quad II.3.34$$

Oltre all'ovvia dipendenza di questo contributo dal valore del coefficiente μ , l'effetto dell'attrito diventa più importante all'aumentare del rapporto h/a (provini più spessi o lunghezze di cricca minori).

Si può introdurre una funzione per evidenziare la riduzione di energia disponibile che comporta l'attrito:

$$f(\mu) = \frac{4h}{3a} \mu \quad II.3.35$$

Si può arbitrariamente imporre un fattore di abbattimento f^* sufficientemente piccolo per poter trascurare l'attrito e ricavare

$$a_{min} = \frac{4h\mu}{3f^*} \quad II.3.36$$

Un limite superiore alla lunghezza di cricca viene imposto dalla presenza del campo di sforzo dovuto al pin centrale (*Figura II.12*) che comprime le superfici di frattura inibendone lo scorrimento.

Alcuni studi riportati in (27) riportano che l'estensione della zona di contatto è al massimo pari a $4h$. Dato che il campo di compressione è simmetrico rispetto al punto di applicazione si ricava una lunghezza massima di cricca pari a $a_{max} = L - 2h$

La configurazione delle prove ENF prevede uno $span\ 2L=100\ mm$, $h=5\ mm$ per cui $a_{max}=40\ mm$.

Nella zona in cui vi sia l'influenza del campo di compressione viene anche a cadere l'ipotesi di sforzo tagliente costante prevista dalla teoria delle travi, di conseguenza l'analisi si limiterà ad un tratto utile di $15\ mm$ avendo fissato $a_0=25\ mm$.

II.4 - Elaborazione dei dati e analisi

Tutte le prove sono videoregistrate con un sensore video analogico ed il segnale viene poi convertito in forma digitale. L'obiettivo utilizzato ha una lunghezza focale di $70-300\ mm$, con apertura del diaframma $f-4$, messo a fuoco su una parte di provino lunga all'incirca $25\ mm$. Il tratto di propagazione monitorato è di $50\ mm$ per cui l'obiettivo viene leggermente ruotato ogniqualvolta la delaminazione stia per raggiungere l'estremità dell'inquadratura. La ripresa video è necessaria in fase di elaborazione dei dati sperimentali per misurare la posizione della cricca. Per associare i punti di interesse delle curve sperimentali con le posizioni del difetto, il

video viene sincronizzato con la prova facendo scattare un flash contemporaneamente ad un sistema di contrassegno dei dati sperimentali.

La lunghezza di a viene letta dalla scala millimetrata disegnata sul fianco del provino (*Figura II.17*). Le norme consigliano un passo di scala di 1 mm per i primi 10 mm di propagazione ed un passo di 5 mm per la restante lunghezza utile di prova.

Con questa precisione di scala si perderebbero però dei punti di propagazione della delaminazione a causa del complesso comportamento dei materiali studiati. La propagazione instabile a tratti tipica di questo tipo di compositi (illustrata più avanti in questo paragrafo) non è compatibile con una griglia (e un metodo) nella quale si considerano punti a lunghezze del difetto "prefissate" (ogni 1 mm e ogni 5 mm di avanzamento).

Per questo motivo è stata disegnata una scala con passo costante di 1 mm (*Figura II.17*). Per non compromettere la visibilità dell'apice del difetto, visto il conseguente infittirsi della griglia, è stato usato un rapido con punta di 0.05 mm per disegnare le tacche.



Figura II.17. Griglia laterale di riferimento per individuare l'apice del difetto con passo costante di 1 mm

La griglia più fitta riduce anche la possibilità di scegliere lunghezze di cricca errate nel caso di piccola asincronia tra video e curva di carico. Se all'istante corrispondente ad un picco della curva sperimentale, non corrisponde un sincrono avanzamento del difetto ma esso è sfalsato di qualche istante, con un passo di 1 mm si ha comunque una buona precisione nella lettura di a ($\pm 0.5\text{ mm}$), impossibile da avere con un tratto di 5 mm non marcato dove l'incertezza sulla posizione dell'apice è molto più grossa.

Le normative (18; 19; 20) suggeriscono tre metodi differenti per valutare il punto di innesco della frattura (*Figura II.18*) validi per entrambe le tipologie di prove effettuate in questo lavoro:

- NL: si prende come innesco l'istante in cui il comportamento devia dalla linearità. Si effettua una regressione sul tratto della curva sperimentale tra l'assestamento del carico fino a circa $2/3$ dell'estensione del tratto lineare; vengono presi i valori di carico e spostamento in corrispondenza della deviazione della curva dalla retta di regressione. Come riportato in studi specifici sui metodi di determinazione del punto d'innesco (31),

l'arbitrarietà nella scelta del punto NL introduce una certa variabilità, in aggiunta a quella naturale del comportamento del materiale. Per ridurre questa variabilità, in fase di riduzione dei dati lo spessore delle rette di regressione lineare è stato tenuto il più sottile possibile e si è considerato come NL quel punto in cui la distanza tra retta e curva di carico superasse le dimensioni dei punti costituenti la curva.

- VIS: si prende come riferimento l'istante in cui si osserva dalla videoregistrazione della prova il primo avanzamento della cricca e si risale al corrispondente punto della curva di carico. Il risultato dipende dalla precisione della sincronizzazione del filmato con la registrazione del carico e dalla discrezionalità dell'operatore nel riconoscere l'effettivo avanzamento utilizzando sempre lo stesso criterio.
- 5%/MAX: partendo dalla regressione lineare utile per il metodo NL, si traccia una seconda retta che rappresenta un aumento della cedevolezza del sistema del 5% (equivale a definire una pendenza pari al 95% di quella della regressione). Se l'intersezione tra la retta e la curva di carico si ha prima del massimo locale allora si indica il punto di innesco come 5%, viceversa la si indicherà come MAX. I valori di carico e spostamento di interesse per definire l'innesco sono quelli del punto considerato.

Se dopo il primo tratto lineare la curva di carico ha un massimo relativo seguito da un primo netto calo dovuto all'avanzamento della cricca, solitamente NL e VIS vengono a coincidere e anche l'intersezione tra la retta con cedevolezza aumentata del 5% e la curva avverrà dopo il massimo. In questo caso MAX può essere definito come punto di innesco. Diversamente, se il materiale subisce un danneggiamento più diffuso o dei fenomeni di plasticizzazione, allora il punto di intersezione individuato dal criterio 5%/MAX si situa nel tratto di non linearità. Per cui, sicuramente, il valore NL è più conservativo, mentre la posizione del punto VIS dipenderà di prova in prova. In base a queste considerazioni si ritiene che il criterio del 5%/MAX sia il più rigoroso e ripetibile dei tre, e restituisca dati sperimentali con una dispersione minore.

In *Figura II.18* vengono mostrati i tre criteri per l'individuazione del punto di innesco sulla curva di carico. I tre corrispondenti valori del tasso di rilascio di energia critico si calcolano con la medesima lunghezza di cricca, pari a quella del termine del precrack.

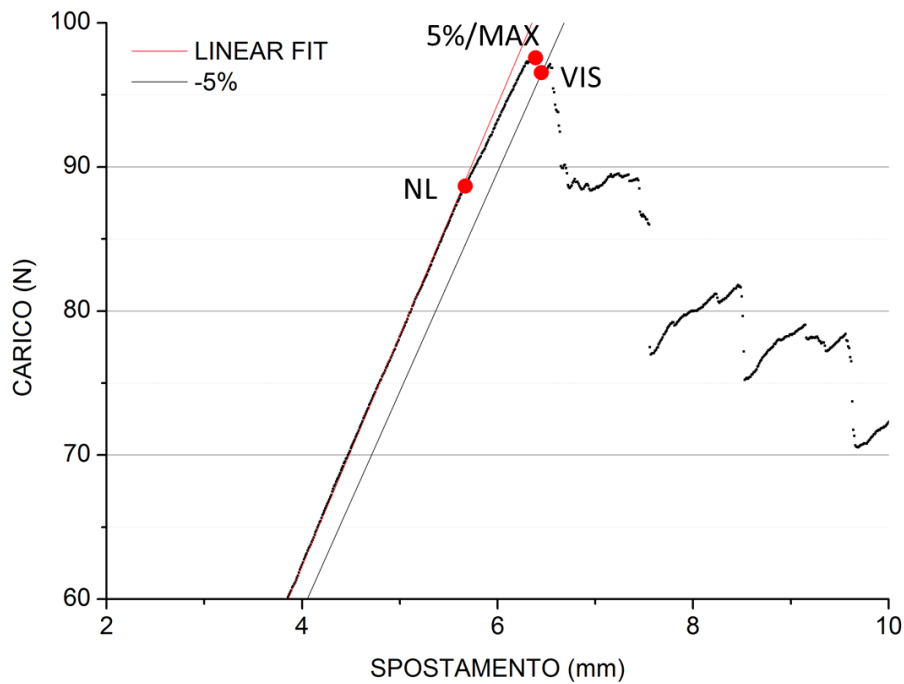


Figura II.18. Criteri per l'individuazione del punto di innesco sulla curva di carico: NL, 5%/MAX, VIS; la lunghezza di cricca è quella corrispondente al termine del precrack

Per le prove di delaminazione in modo I, osservando la curva sperimentale (Figura II.20), si nota una prima differenza rispetto alle curve di riferimento indicate nella norma (18) (Figura II.19). Il tratto di propagazione del difetto non è decrescente monotono (come risulta nel caso, normato, dei materiali compositi unidirezionali) con propagazione stabile del difetto dopo l'innesco ma ha una conformazione a “denti di sega” con fasi alternate e ripetute di carico e scarico. Questo fenomeno è detto *stick-slip* (1; 7; 32).

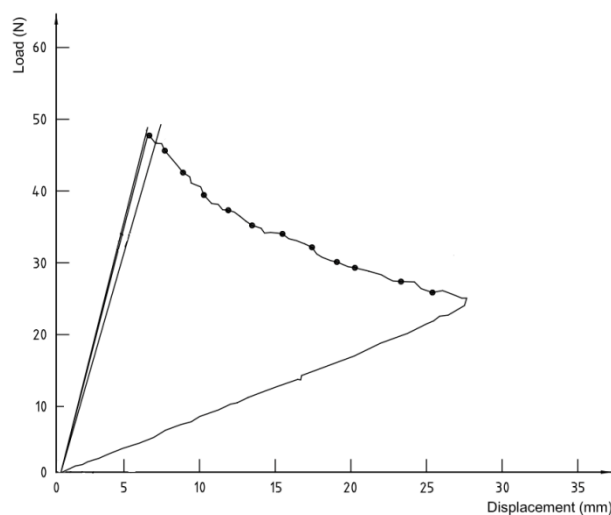


Figura II.19. Curva sperimentale di una prova DCB con propagazione stabile del difetto, atteso dalla norma ISO 15024 per materiali compositi unidirezionali

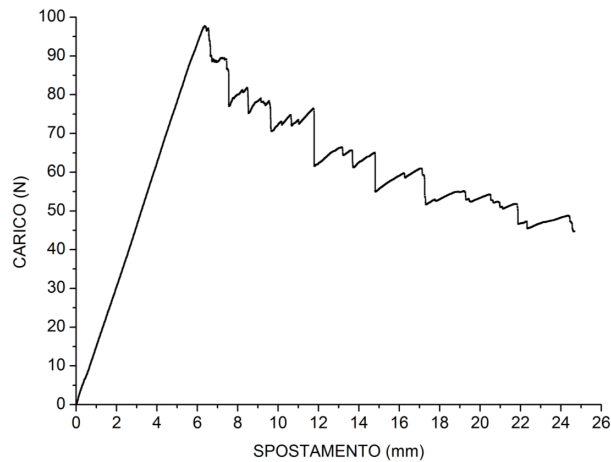


Figura II.20. Curva sperimentale di una prova DCB con propagazione instabile a tratti (*stick-slip*), ottenuta nelle prove sui materiali compositi rinforzati con tessuto

La delaminazione non è quindi continua ma instabile a tratti e con velocità elevata. Il materiale accumula energia finché si innesca la frattura ed il carico subisce un decremento istantaneo finché l'energia diventa insufficiente per far proseguire la delaminazione. La cricca subisce un temporaneo arresto (33) ed il carico riprende ad aumentare mentre il materiale accumula di nuovo energia. Quando si raggiunge una nuova situazione di criticità il processo si ripete.

Anche il metodo di analisi dei dati è stato variato in conseguenza del fatto che la norma non contempla il fenomeno dello *stick-slip*: anziché considerare dei punti fissi ogni 5 mm, si scelgono i picchi della curva sperimentale in cui, come è stato descritto poc'anzi, sicuramente vi è una condizione di criticità e si può calcolare G_{IC} (Figura II.21).

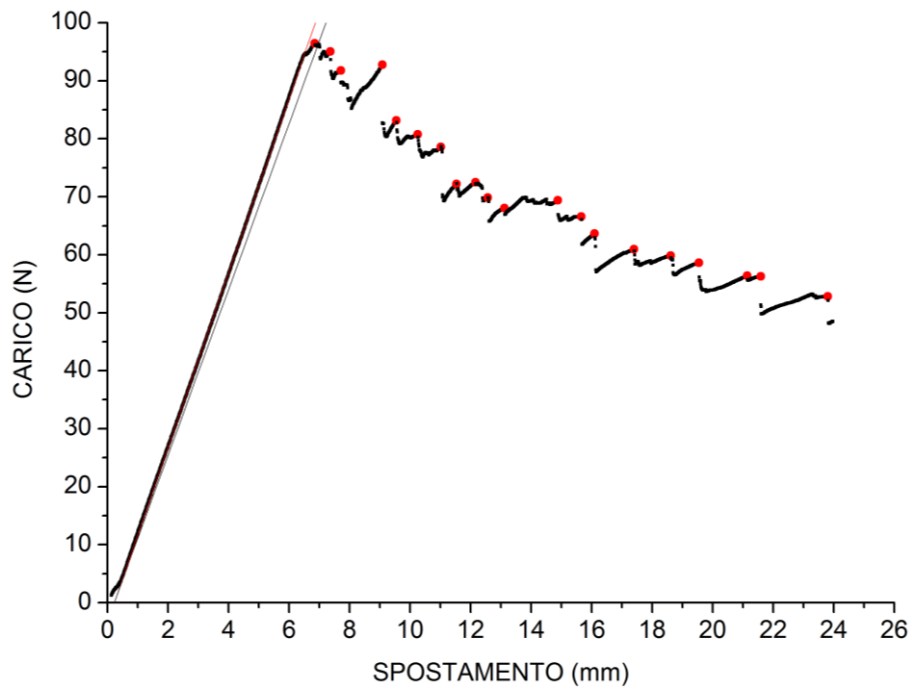


Figura II.21. Curva di carico di una prova in modo I; in rosso i punti di interesse per il calcolo di G_{IC}

Da letteratura, il fenomeno dello *stick-slip* è imputabile a diverse cause che contribuiscono ad un aumento dell'energia necessaria per la frattura e rendono la propagazione instabile a tratti:

- **MATRICE:** l'adesione interfacciale tra fibre e matrice ha una certa influenza sulla tenacità interlaminare poiché, se non è sufficientemente buona, essa non riesce a trasmettere efficacemente i carichi alle fibre, impedendo di sfruttare a pieno il loro potenziale (1). Senza un'adesione superficiale adeguata il fenomeno prevalente durante la frattura è lo scollamento delle fibre (ad esempio tra fibre di vetro e resina epossidica) per cui non si verifica lo *stick-slip* (34). Assicurata una buona adesione fibra-matrice, come è il caso delle fibre di carbonio accoppiate con resina epossidica, è la duttilità di quest'ultima a controllare il comportamento. Matrici tenaci che durante la frattura presentano un'ampia zona plastica e un arrotondamento dell'apice del difetto dissipano più energia e la tenacità a frattura ne beneficia (35). Per questo motivo le resine epossidiche (dal comportamento fragile, tal quali) vengono modificate in diversi modi con particelle di gomma dispersa al suo interno. Nel particolare caso di questo tipo di resine, il fenomeno dello *stick-slip* avviene anche in assenza di rinforzo (32).
- **TOW BRIDGING:** questo fenomeno è dovuto ai fasci trasversali di trama del tessuto. Al bordo libero del provino, dove inevitabilmente i fasci di trama vengono interrotti in maniera casuale durante il taglio per l'estrazione del provino, si possono formare dei ponti di fibre tra le due superfici di frattura (Figura II.22, particolare in rosso) che richiedono energia aggiuntiva per essere rotti e la cricca propaga instabilmente con una

corrispondente caduta del carico sulla curva sperimentale. Il *tow bridging* è ad ogni modo un fenomeno localizzato al bordo del provino, all'interno la conformazione del tessuto e l'adesione tra resina e fibre impedisce che dei fasci rimangano adesi alla superficie di frattura opposta (34) (36).

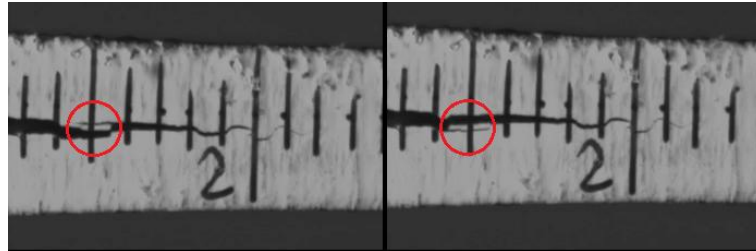


Figura II.22. Formazione e rottura di ponti di fibre tra le due superfici di frattura

- **DEVIAZIONE DEL PIANO DI PROPAGAZIONE DEL DIFETTO:** l'intreccio tra fasci di trama e ordito provoca una deviazione del percorso della cricca (Figura II.23), costretta a proseguire intorno ai fasci incontrati di volta in volta. L'allungamento del percorso di delaminazione contribuisce alla dissipazione di energia. Questo particolare fenomeno non è da imputare alla proprietà del materiale ma alla tipologia del rinforzo: in base all'indice di tessitura questo fenomeno è più o meno accentuato (37).

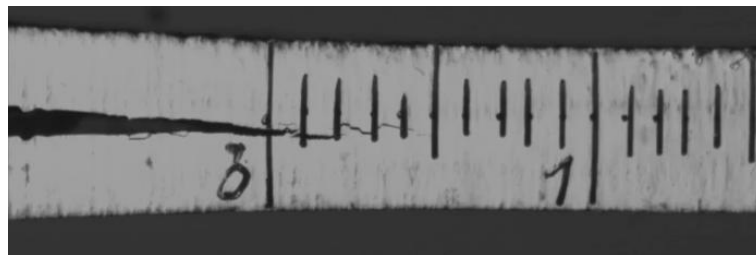


Figura II.23. Deviazione del piano di propagazione della cricca che segue l'andamento ondulato del tessuto intrecciato

- **FORMAZIONE DI CRICCHE SECONDARIE:** questo tipo di materiali compositi rinforzati con tessuti ha un comportamento a frattura complesso, per cui il fronte della cricca può non essere unico. In particolare, i fasci di trama possono indurre una ramificazione del fronte della cricca nelle zone esterne del provino (Figura II.24 ,immagini 1-3). Si tratta dunque di un evento localizzato al bordo, poiché all'interno i fasci di ordito contengono questo fenomeno. Quando le cricche accrescono, arrivano a coalescere causando una propagazione instabile del difetto anche per un lungo tratto (Figura II.24 ,immagini 4-6).

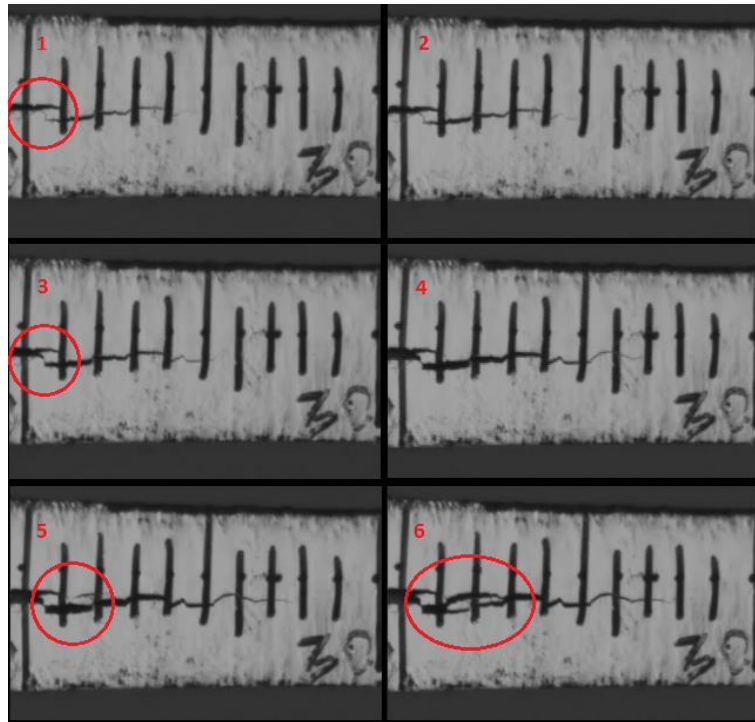


Figura 11.24. Formazione di cricche secondarie vicino al fronte principale (immagini 1-3) e coalescenza con quest'ultimo durante la successiva propagazione instabile (immagini 4-6)

A causa di questi motivi è difficile valutare l'effettiva posizione della cricca poiché alcuni fenomeni avvengono solo all'esterno. Capita ad esempio che si osservi un netto calo del carico ed una emissione acustica ma senza notare un avanzamento del difetto, nonostante ciò la delaminazione può essere avanzata quantomeno all'interno del provino. Capita anche che in corrispondenza di piccole propagazioni osservate il carico continui a crescere.

L'influenza dei singoli fenomeni sul valore della tenacità non è ancora stato chiarito. Ad ogni modo cadono alcune delle ipotesi dei modelli basati sulla LEFM (paragrafo 1.2 -) come la propagazione della cricca simile a se stessa, lungo un unico fronte e sullo stesso piano.

Il fenomeno dello *stick-slip* induce un comportamento molto variabile, in termini di carico, tra le singole prove. La Figura 11.25 riporta diverse curve di carico ottenute su provini dello stesso pannello e testati con le medesime condizioni ambientali e di prova.

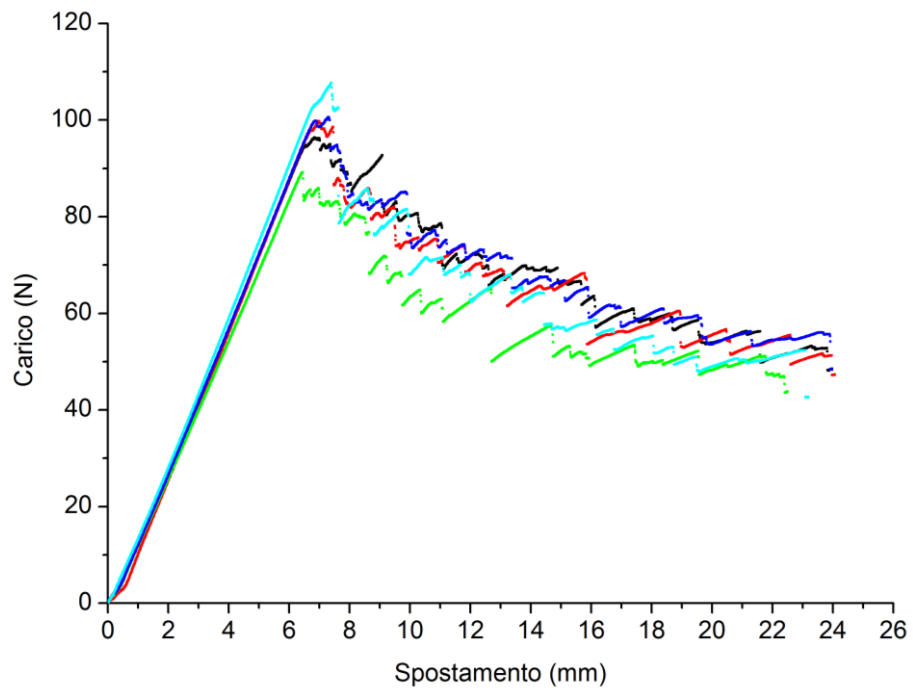


Figura II.25. Curve sperimentali di prove di delaminazione in modo I eseguite sul materiale 5HS_8552

Capitolo III - Risultati sperimentali

III.1 - Modo I

Le prove di delaminazione in modo I sono state condotte seguendo la normativa ASTM D5528 (18). In *Figura III.1* è presentata una tipica curva sperimentale carico-spostamento.

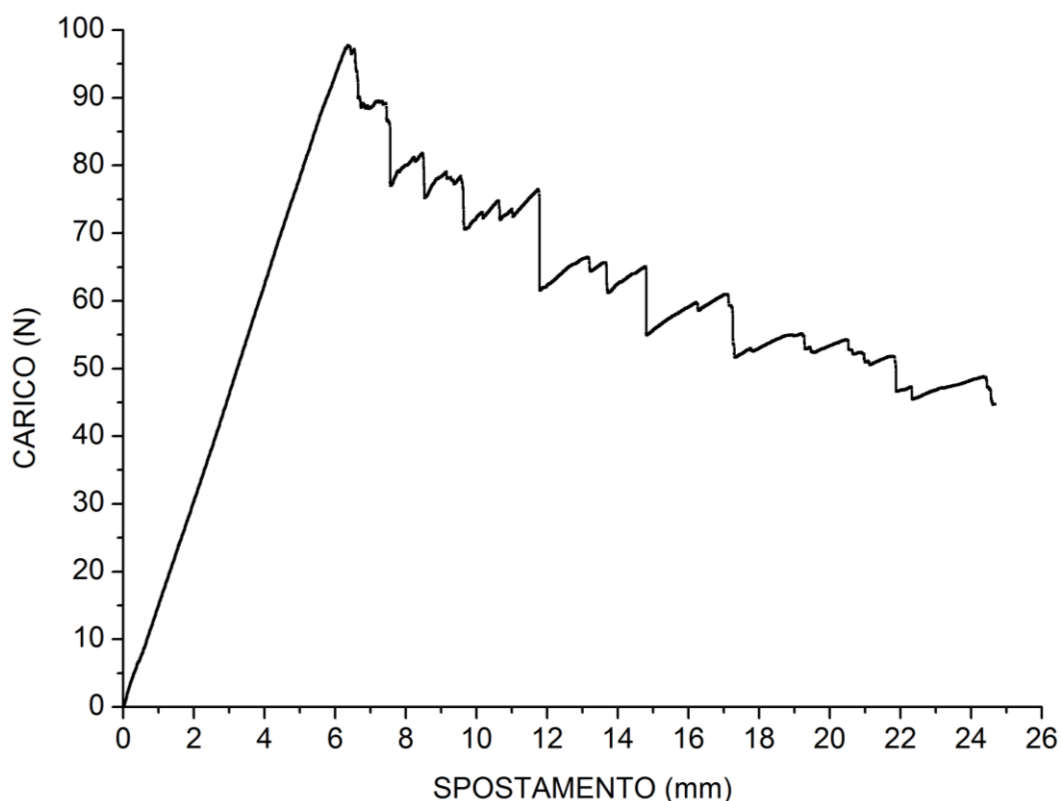


Figura III.1. Curva sperimentale carico-spostamento di una prova DCB in modo I

Il primo tratto ha pendenza costante per cui l'ipotesi di comportamento elastico lineare per questo tipo di materiali è valida. Dopodiché vi è l'innesco della frattura e il conseguente calo del carico.

La conferma della linearità del comportamento è stata ottenuta con una serie di prove in cui lo stesso provino viene caricato e scaricato completamente e poi sollecitato di nuovo ad ogni significativo avanzamento di a (38).

Le curve sperimentali sono state utilizzate per ricavare il tasso di rilascio di energia critico per il modo I seguendo i diversi metodi presentati nel *paragrafo II.4* -. Sono state ottenute le curve di resistenza di G_{IC} in funzione della lunghezza di cricca Δa , di cui la *Figura III.2* è un esempio.

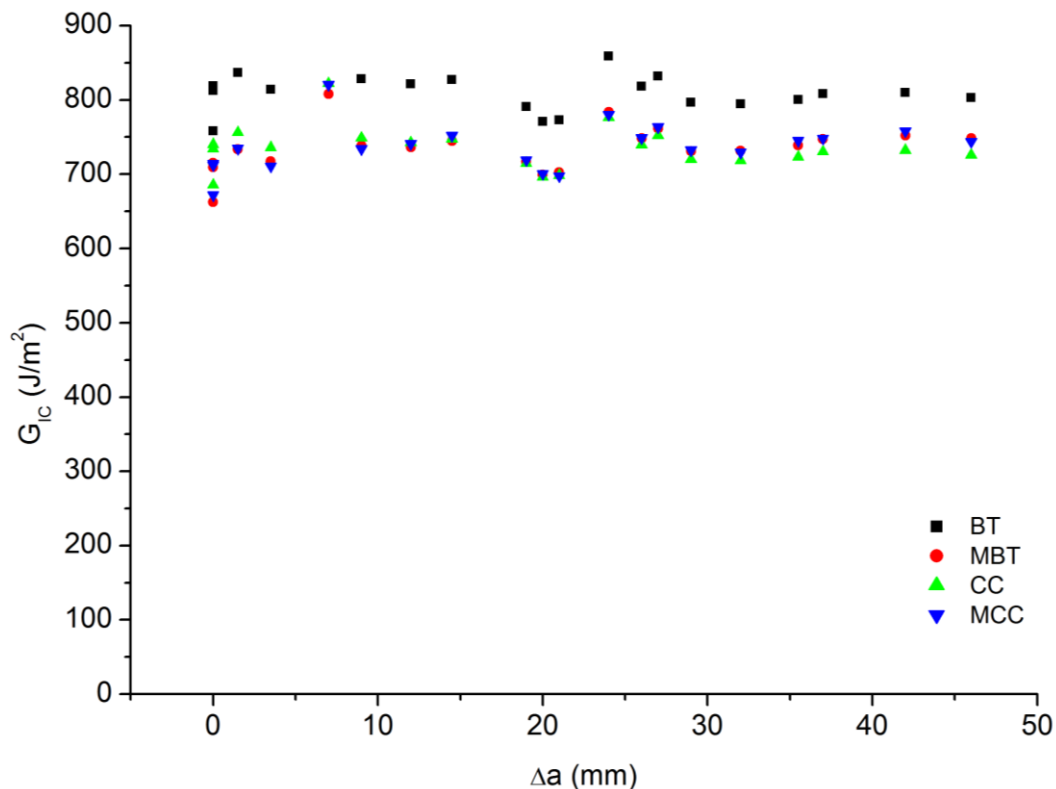


Figura III.2. Curva R di resistenza alla delaminazione; confronto tra i metodi di riduzione dei dati

I punti rappresentano i valori di tenacità riferiti agli inneschi delle singole propagazioni instabili a tratti (*stick-slip*). Hanno generalmente un andamento costante al variare di Δa , caratteristico della frattura fragile di questi materiali (*paragrafo I.2.6 -*).

Per semplicità descrittiva, d'ora in avanti ci si riferirà agli inneschi successivi di delaminazione come punti di propagazione, nonostante non rappresentino una continuazione dell'avanzamento della cricca in seguito al primo innesco ma siano degli inneschi a tutti gli effetti.

Confrontando sempre in *Figura III.2* i diversi metodi di riduzione dei dati, si nota che quello basato sulla teoria delle travi semplice fornisce valori maggiori rispetto al metodo corretto ed ai metodi basati su calibrazione sperimentale della cedevolezza. Questo conferma che l'ipotesi di vincolo ideale all'apice del difetto prevista dalla *beam theory* non corrisponda alle effettive condizioni di sollecitazione durante il test. Si nota anche che gli altri metodi restituiscono risultati confrontabili tra loro poiché le curve *R* sono pressoché sovrapposte.

Nel *paragrafo II.3.1.1* - sono stati proposti dei fattori correttivi per i grandi spostamenti e per la presenza dei tacchi in alluminio. L'introduzione dei fattori correttivi non comporta variazioni. Come evidenziato dai risultati del precedente lavoro svolto su questi materiali (38), il peso

singolo di ogni fattore, F o N , è circa del 5%, tuttavia i dati vengono moltiplicati per un fattore F/N per cui gli effetti si compensano e l'influenza complessiva è inferiore all'1%.

A titolo esemplificativo, la *Figura III.3* mostra il confronto tra i dati sperimentali ridotti secondo il metodo *MBT* con o senza l'utilizzo dei fattori di correzione F e N .

In vista di queste considerazioni, per la riduzione dei dati sperimentali si è scelto di fare riferimento al metodo della *MBT* e di applicare sempre i fattori correttivi F ed N .

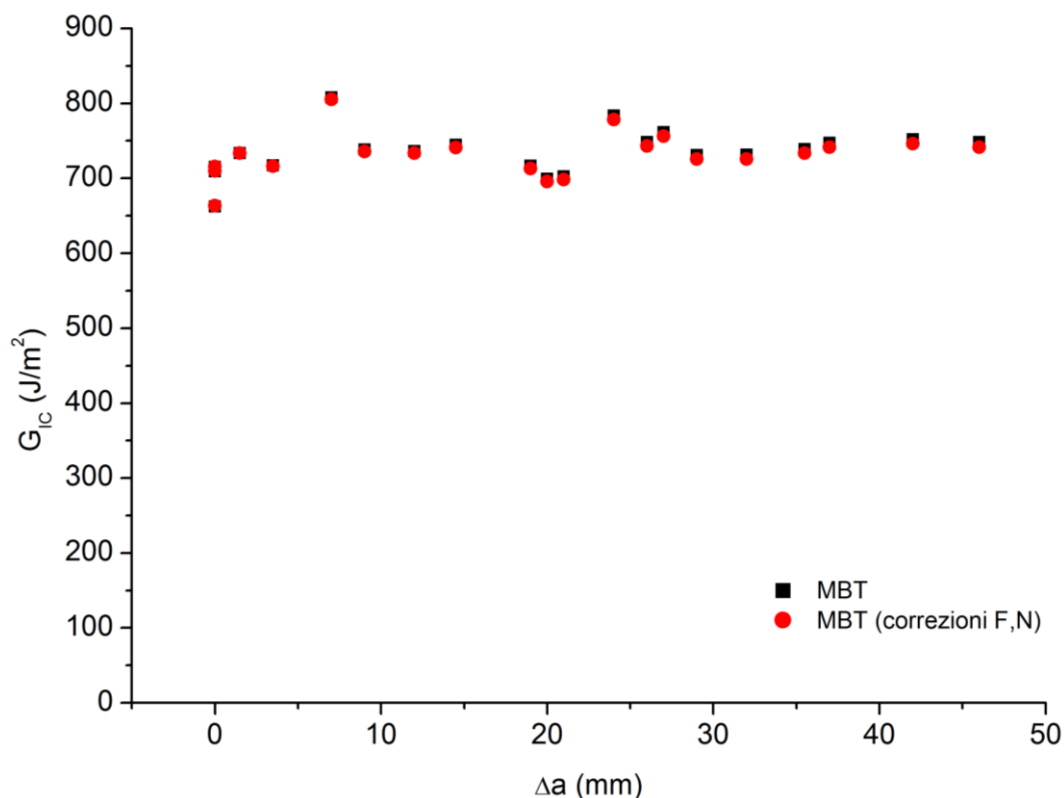


Figura III.3. Curva R; confronto tra valori calcolati con o senza applicazione dei fattori correttivi F ed N

III.1.1 - Compositi ad alta tenacità

Nel *paragrafo II.1* - sono stati introdotti i diversi materiali studiati: due compositi a base di resina epossidica ad alta tenacità rinforzati con un tessuto di fibre di carbonio raso *passo 5* ed uno raso *passo 8*; un composito a base di resina epossidica a media tenacità rinforzato con un tessuto raso *passo 5*. In questo paragrafo vengono presentati i risultati sperimentali dei due materiali con resina ad alta tenacità, 5HS_8552 e 8HS_8552.

In *Figura III.4* e in *Figura III.5* sono presentati i valori del tasso di rilascio di energia critico riferiti al primo innesco e alle medie degli inneschi successivi della delaminazione (propagazione), riassunti in *Tabella III.1* per il secondo batch del materiale 5HS_8552.

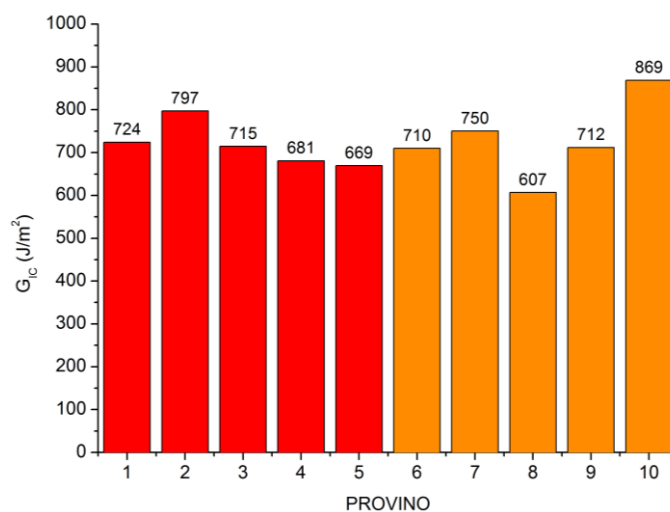


Figura III.4. Valori di G_{IC} all'innesco, criterio del 5%/MAX; metodo di riduzione dei dati MBT con applicazione dei fattori correttivi F ed N ; materiale 5HS_8552_B2 (rosso: pannello 1; arancione: pannello 2)

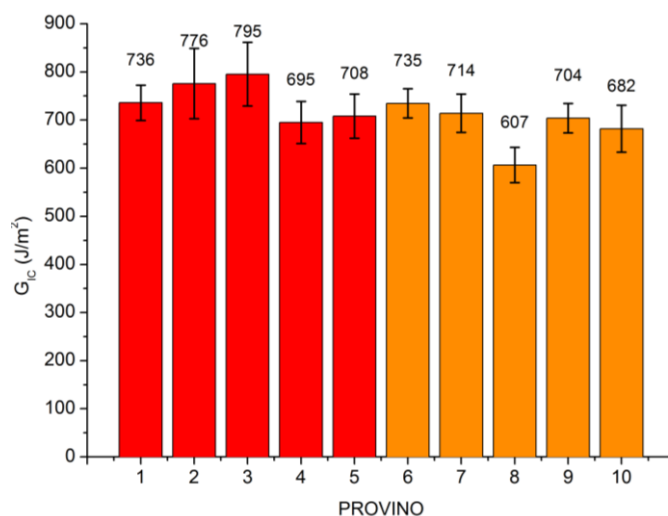


Figura III.5. Valori medi di G_{IC} dei punti di propagazione, metodo di riduzione dei dati MBT con applicazione dei fattori correttivi F ed N ; materiale 5HS_8552_B2 (rosso: pannello 1; arancione: pannello 2)

PANNELLO	MEDIA [J/m ²]	DEV.STD. [J/m ²]	C _v [%]
1	742	42.9	5.78
2	689	50	7.26
BATCH	715	52.1	7.29

Tabella III.1. Riassunto dei dati sperimentali di G_{IC} di propagazione; materiale 5HS_8552_B2

Nelle successive figure (Figura III.6, Figura III.7) e in Tabella III.2, sono presentati i dati sperimentali riferiti al tasso di rilascio critico di energia all'innesco e alla media delle propagazioni per il materiale 8HS_8552_B2.

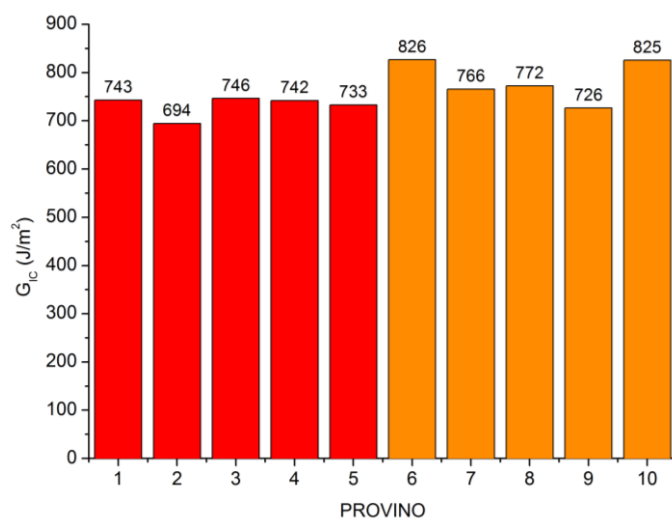


Figura III.6. Valori di G_{IC} all'innesco, criterio del 5%/MAX; metodo di riduzione dei dati MBT con applicazione dei fattori correttivi F ed N; materiale 8HS_8552_B2 (rosso: pannello 1; arancione: pannello 2)

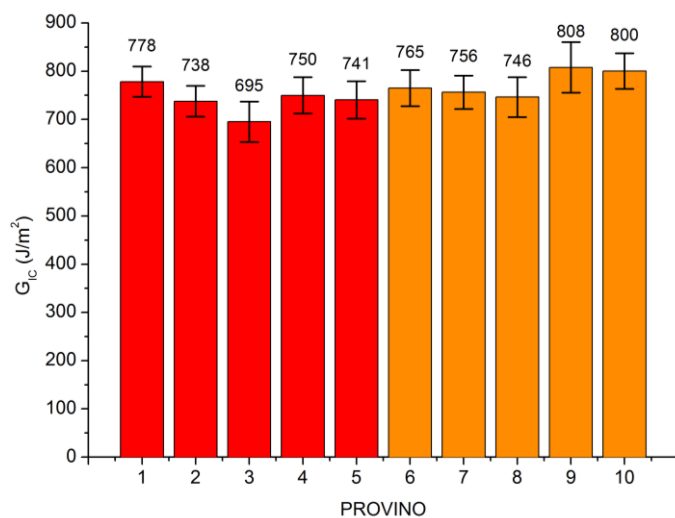


Figura III.7. Valori medi di G_{IC} dei punti di propagazione, metodo di riduzione dei dati MBT con applicazione dei fattori correttivi F ed N; materiale 8HS_8552_B2 (rosso: pannello 1; arancione: pannello 2)

PANNELLO	MEDIA [J/m ²]	DEV.STD. [J/m ²]	C _v [%]
1	740	29.8	4.03
2	775	27.4	3.53
BATCH	758	32.6	4.31

Tabella III.2. Riassunto dei dati sperimentali di G_{IC} di propagazione; materiale 8HS_8552_B2

Si presentano in *Figura III.8* e in *Figura III.9* i diagrammi dei dati sperimentali relativi al G_{IC} all'innesco e alle medie delle propagazioni successive (riassunte in *Tabella III.3*), per ogni provino del batch 3 del materiale 8HS_8552.

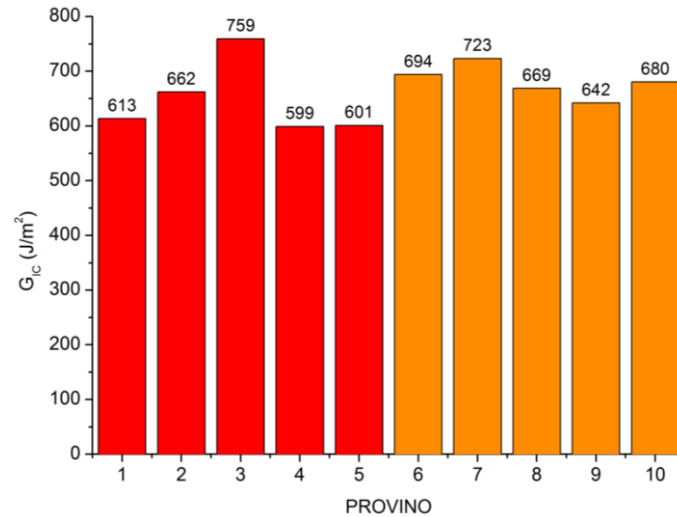


Figura III.8. Valori di G_{IC} all'innesco, criterio del 5%/MAX; metodo di riduzione dei dati MBT con applicazione dei fattori correttivi F ed N; materiale 8HS_8552_B3 (rosso: pannello 1; arancione: pannello 2)

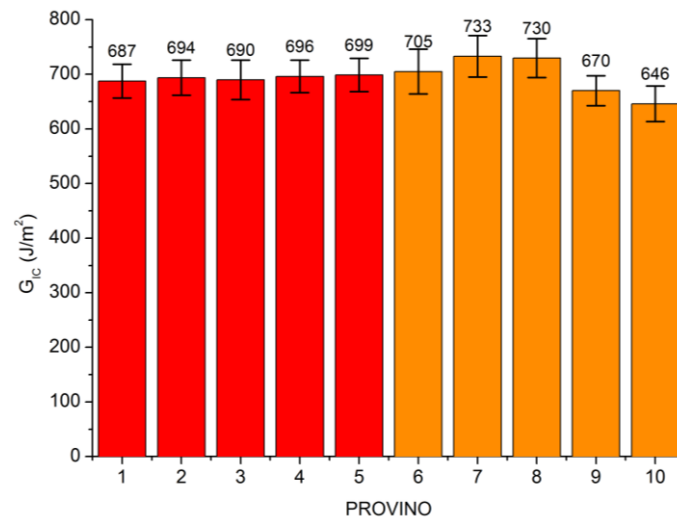


Figura III.9. Valori medi di G_{IC} dei punti di propagazione, metodo di riduzione dei dati MBT con applicazione dei fattori correttivi F ed N; materiale 8HS_8552_B3 (rosso: pannello 1; arancione: pannello 2)

PANNELLO	MEDIA [J/m ²]	DEV.STD. [J/m ²]	C _v [%]
1	693	4.51	0.65
2	697	37.9	5.44
BATCH 3	695	25.5	3.67

Tabella III.3. Riassunto dei dati sperimentali di G_{IC} di propagazione; materiale 8HS_8552_B3

III.1.2 - Discussione dei risultati

I materiali compositi rinforzati con tessuti di fibre esibiscono un comportamento complesso, frutto di una combinazione di differenti processi di frattura. La particolare struttura del rinforzo, intrecciato, quindi ondulato e non planare, incide in vari modi sulla resistenza alla delaminazione.

I principali meccanismi di dissipazione di energia possono essere riassunti in:

- formazione delle superfici di frattura della cricca principale,
- *tow bridging*, che porta poi a,
- rottura dei fasci di fibre,
- formazione di cricche laterali minori,
- deformazione plastica e formazione di microcricche della matrice attorno alle fibre.

Come descritto nel *paragrafo II.4* -, la presenza dei fasci di trama intrecciati modifica sostanzialmente il comportamento rispetto ai compositi unidirezionali. In questi ultimi materiali la cricca può propagare parallelamente o perpendicolarmente all'asse delle fibre. Nei tessuti invece la cricca avanza generalmente nello stesso piano di delaminazione, costretta dai fasci del tessuto. Un dettagliato esempio in cui vengono illustrati i percorsi tipici di avanzamento della cricca nei fasci di ordito e di trama è fornito in (34; 37). Nelle zone corrispondenti agli intrecci tra trama e ordito, la resistenza delle fibre viene influenzata anche dal raggio di curvatura del fascio stesso costretto a passare al di sotto dell'ordito, per cui è plausibile che il tipo di tessitura, quindi il numero degli intrecci, influenzi la tenacità.

Per quanto riguarda l'*indice di tessitura* (ovvero ogni quanti fasci si incrociano trama e ordito), in letteratura sono emersi risultati contrastanti: in alcuni lavori (34), la tenacità interlaminare di compositi tessuti (resina epossidica con fibre di vetro o carbonio) aumenta all'aumentare dell'indice di tessitura: indici più alti implicano un passo maggiore degli incroci tra trama e ordito così che l'effetto di costrizione di quest'ultimo sulla trama al bordo del provino sia meno efficace. Nel tessuto raso *passo 8* ci sono un maggior numero di fasci di trama non vincolati (*Figura III.10*) che possono rimanere attaccati alla superficie di frattura opposta per un breve tratto nella larghezza del provino a partire dal bordo. In un secondo momento, durante l'apertura della cricca, è la porzione interna del fascio stesso a richiamare il *tow bridge* a sé nella superficie del suo braccio di appartenenza.

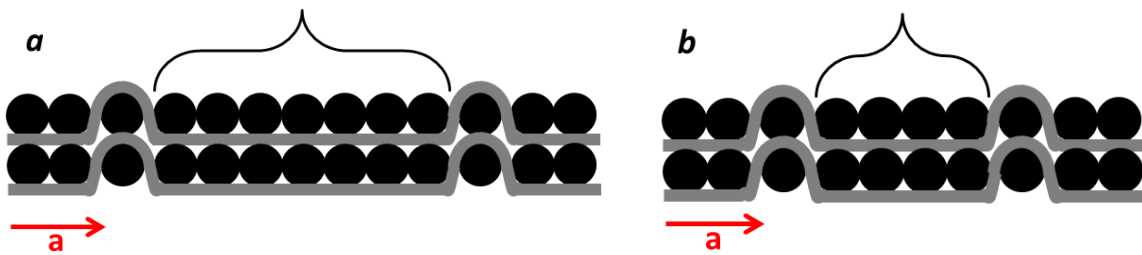


Figura III.10. Vista di profilo del tessuto 8HS (a) e 5HS (b); evidenziati i fasci di trama non vincolati dall'ordito al bordo che possono rimanere attaccati alla superficie di frattura opposta

Tuttavia, in una struttura reale con dimensioni significativamente maggiori rispetto ai provini, è possibile che questo effetto incida molto meno per cui occorrerebbe una verifica sulla trasferibilità dei risultati ad una applicazione reale.

In altri studi (39) su compositi a base epossidica rinforzati con fibre di carbonio sono invece emersi risultati differenti: ad indici di tessitura più grandi, sono stati innanzitutto associati raggi maggiori di curvatura dei fasci agli intrecci. I fasci sono meno resistenti poiché all'apice della curvatura vi è già uno stato di sforzo più critico rispetto ad una condizione di planarità. È stato inoltre confermato un avanzamento generalmente meno tortuoso del difetto nella matrice tra le lamine, con molte meno cuspidi di resina deformata sulle superfici di frattura. Questo ha così inciso sulla quantità di energia dissipata che per tessuti con indici maggiori è risultata minore.

Inoltre la trama può dar luogo al fenomeno del *tow bridging* (paragrafo II.4 -), mentre in compositi unidirezionali il fenomeno è limitato ai singoli filamenti longitudinali che incrociano il piano di delaminazione e rimangono attaccati alla superficie di frattura opposta. Il fascio di trama ostacola poi in maniera diversa l'avanzamento della cricca, ridistribuendo maggiormente il carico nella direzione della larghezza del provino. In fase di analisi frattografica è stata osservata la superficie di un provino dove si è vista la rottura di un fascio di trama incollato alla superficie opposta. Se ne è ricavata la lunghezza stimandola dal bordo del provino fino alla scomparsa della linea di frattura (molto marcata rispetto alle altre, quota in rosso in *Figura III.11*; l'estensione del bridge è circa un decimo della larghezza totale del campione).

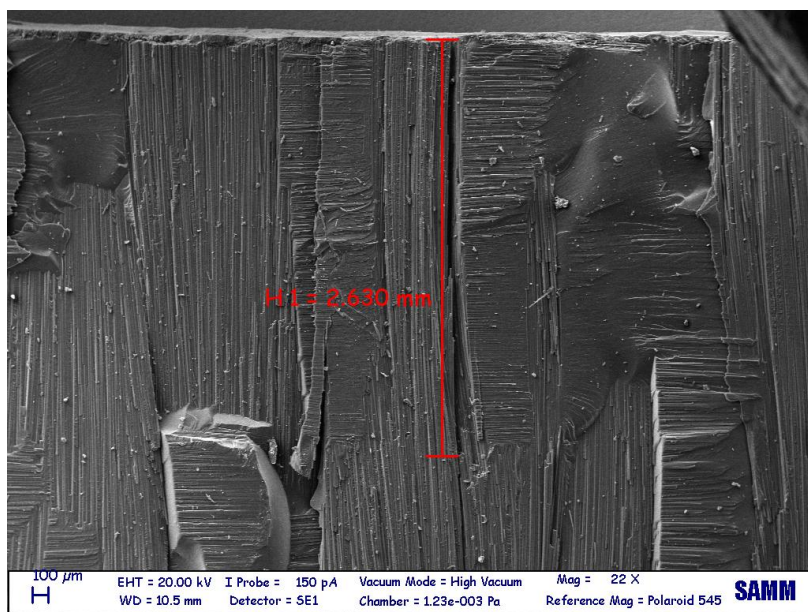


Figura III.11. materiale 8HS_8552; modo I; -60°C; 22x; valutazione dell'estensione all'interno del provino del fenomeno del tow bridging: circa 2.6 mm sui 25 mm di larghezza totale del campione

I dati del materiale 5HS_8552_B1, 8HS_8552_B1, 5HS_914_B1 sono frutto del precedente lavoro svolto su questi compositi (38) e verranno considerati per un più completo confronto del loro comportamento.

Per quanto riguarda il modo I, riferendosi ai materiali 5HS_8552 e 8HS_8552, le differenze tra i valori delle propagazioni non sono così elevate da giustificarle con certezza con un effetto dell'indice di tessitura. Si può ritenere che il contributo principale al tasso di rilascio di energia sia imputabile alla resina. Infatti, la resina 8552 ha una tenacità di circa 680 J/m² (15) e come si vede dalla *Tabella III.4* le tenacità dei due compositi non si discostano molto da quel valore.

Per le medie dei punti di propagazione del 5HS_8552, la dispersione dei dati è di circa l'8% (*Tabella III.4*) mentre le prove effettuate sull'8HS_8552 sono risultate globalmente più riproducibili con un coefficiente di variazione intorno al 4%.

Considerando che i due compositi in questione hanno la stessa resina e che globalmente è il fenomeno dello *stick-slip* quello che induce una variabilità aggiuntiva alla proprietà, si può ipotizzare che il satin 8HS induca un effetto meno influente sulla proprietà del composito, visto che la dispersione dei dati è più contenuta.

Confrontando i valori medi del primo innesco e quelli delle propagazioni successive, sempre dalla *Tabella III.4*, si nota che non sono significativamente differenti: vi è una discrepanza di 40-60 J/m² per tutti e tre i materiali.

Questo può suggerire che i meccanismi di dissipazione energetica che avvengono all'innesco della delaminazione e durante la propagazione instabile siano sostanzialmente gli stessi, dato

che non si osservano variazioni di tenacità al variare della lunghezza di cricca (curva R). Curve di resistenza simili sono state ottenute in (34). Inoltre, il precrack ha escluso un effetto di aumento apparente di tenacità al primo innesco che poteva aver origine in corrispondenza della zona ricca di resina alla fine dell'inserito di PTFE (paragrafo II.2 -).

Per il singolo materiale 5HS_914, la matrice è caratterizzata da una media tenacità all'interno della famiglia delle resine epossidiche, per cui era ragionevole attendersi che la tenacità del composito fosse inferiore a quella degli altri due materiali. Per questo materiale è inoltre maggiore la dispersione dei dati, superiore al 10%.

Le differenze tra i valori di tenacità della singola resina e quella dei compositi è maggiore nel caso del 5HS_914 (Tabella III.4): vi è un incremento di circa 450 J/m² passando da 103 J/m² della sola resina (14) a circa 550 J/m² del suo composito. Questo risultato trova riscontro in altri studi su compositi dove è emerso che il beneficio apportato dalle fibre di rinforzo sia più tangibile per una resina fragile piuttosto che per una resina che possiede già una elevata tenacità (40) (35). L'interpretazione che viene data è la seguente: il tessuto limita la possibilità di sviluppo della zona plastica e impedisce quindi alla matrice di manifestare completamente la sua duttilità, per cui la tenacità raggiunta dal composito dipende a quel punto dalla distanza tra le fibre.

Dall'osservazione delle videoregistrazioni delle prove si è altresì notato che la cricca ha un profilo più ondulato nel materiale con il tessuto raso *passo 8*, mentre tende a propagare più rettilineamente nel materiale con il tessuto raso *passo 5*. Questo risultato è in contrasto con quanto emerso in (39).

MATERIALE	G _{IC} [J/m ²]	C _v [%]	G _{IC} [J/m ²]	C _v [%]
	INNESCO		PROPAGAZIONE	
5HS_8552_B1	689	5.26	759	8.78
5HS_8552_B2	723	9.85	715	7.29
8HS_8552_B1	733	6.33	769	4.07
8HS_8552_B2	730	7.03	758	4.31
8H2_8552_B3	664	7.94	695	3.67
5HS_914_B1	545	11.47	557	12.02

Tabella III.4. Confronto tra le medie di innesco, propagazione e relativa variazione percentuale di G_{IC} per tutti i batch dei compositi studiati

III.2 - Modo II

Per determinare la tenacità interlaminare in modo II sono state condotte prove di flessione in tre punti con provini di tipo End Notched Flexure (ENF) (*paragrafo II.3.2 -*). Non essendo ancora stata normata questa tipologia di prova, i metodi della riduzione dei dati sono stati presi dal protocollo ESIS (21).

Esempi di curve sperimentali ottenute da questo tipo di test sono mostrati in *Figura III.12*. La curva nera si riferisce ad un provino in cui è stata osservata anche propagazione del difetto, mentre la curva rossa si riferisce ad un provino che ha ceduto di schianto.

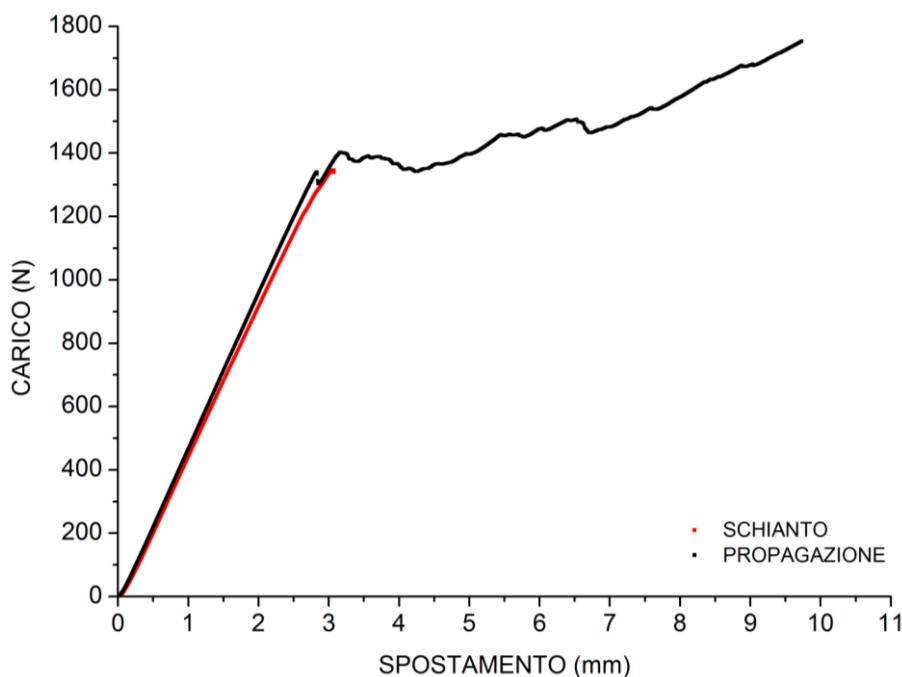


Figura III.12. Curve sperimentali di prove ENF con propagazione del difetto o rottura di schianto del provino;

L'andamento è in entrambi i casi differente rispetto a quello di una prova in modo I (*Figura III.1*). Per la curva nera, dopo il tratto lineare di crescita del carico si giunge a una situazione di criticità per cui si ha l'innesco della delaminazione. Nel tratto successivo il carico ha una fase altalenante con piccoli picchi e conseguenti scarichi ed accenna a decrescere. Dopodiché aumenta di nuovo, finché gli effetti del campo di sforzi di compressione dovuti al pin centrale (*paragrafo II.3.2 -*, *Figura III.12* in corrispondenza di circa 7 mm di spostamento) diventano via via più importanti e si arriva alla rottura del provino. È stato notato che la cricca non si arresta una volta giunta vicino al pin centrale ma propaga per altri 10 mm circa oltre questo punto (*Figura III.13*). La rottura avviene per flessione della trave, che cede aprendosi dal lato delle fibre tese (*Figura III.14*).

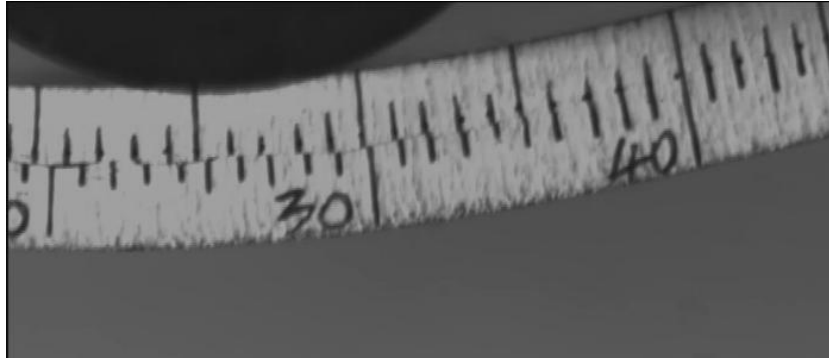


Figura III.13. Propagazione della cricca in un provino ENF oltre il pin centrale

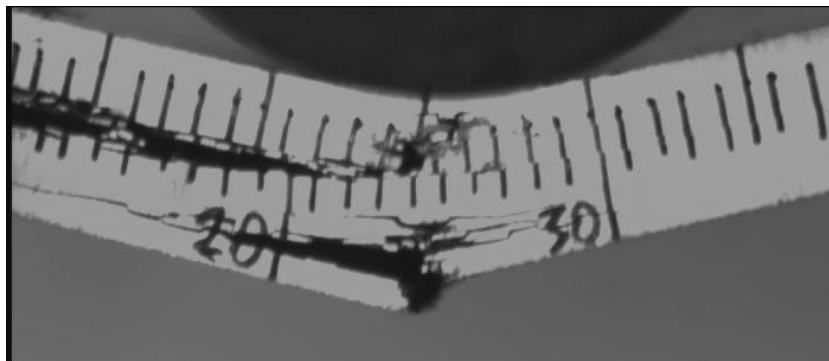


Figura III.14. Rottura per flessione di un provino ENF che ha mostrato propagazione del difetto fin oltre il pin centrale



Figura III.15. Determinazione dell'avanzamento del difetto in una prova di delaminazione in modo II: l'ultima tacca della griglia laterale che risulta "spezzata" dall'avanzamento del difetto rappresenta la posizione di cricca

Nella maggior parte dei test si è osservata una rottura di schianto del provino (Figura III.12, curva in rosso), con propagazione della cricca lungo tutto il tratto utile in un unico avanzamento, con una flessione molto limitata rispetto a quella raggiunta al cedimento dagli altri provini. In questi casi non è stato possibile ricavare delle curve di resistenza del materiale ma solo il valore di tenacità all'innesco.

In molte prove sul materiale 8HS_8552_B2 e 5HS_8552_B1 è stata osservata invece una propagazione del difetto stabile, nonostante per la geometria delle prove ENF (in particolare $a > 0.7L$) sia stata prevista nel *paragrafo II.3.2.2* - una condizione di instabilità. Nelle prove in cui l'avanzamento della cricca è avvenuto stabilmente si sono potuti così individuare dei punti di propagazione con i quali sono state ricavate le curve R. La posizione effettiva della cricca

durante la prova è di più difficile individuazione rispetto ai test in modo I perché in questo caso i bracci del provino sono flessi e le superfici di frattura sono sempre chiuse una contro l'altra. Il criterio arbitrario per la determinazione corretta di a si basa sull'osservazione delle tacche della griglia laterale sul provino, che vengono spezzate dall'avanzamento della delaminazione (Figura III.15).

La Figura III.16 confronta le curve di resistenza ottenute per i diversi metodi di riduzione dei dati sperimentali, con l'applicazione dei fattori correttivi per il taglio trasversale e per i grandi spostamenti. I punti situati a $\Delta a=0$ corrispondono ai tre criteri per la determinazione del punto d'innesco spiegati nel paragrafo II.4 -. I dati sono stati elaborati secondo il metodo del 5%/MAX.

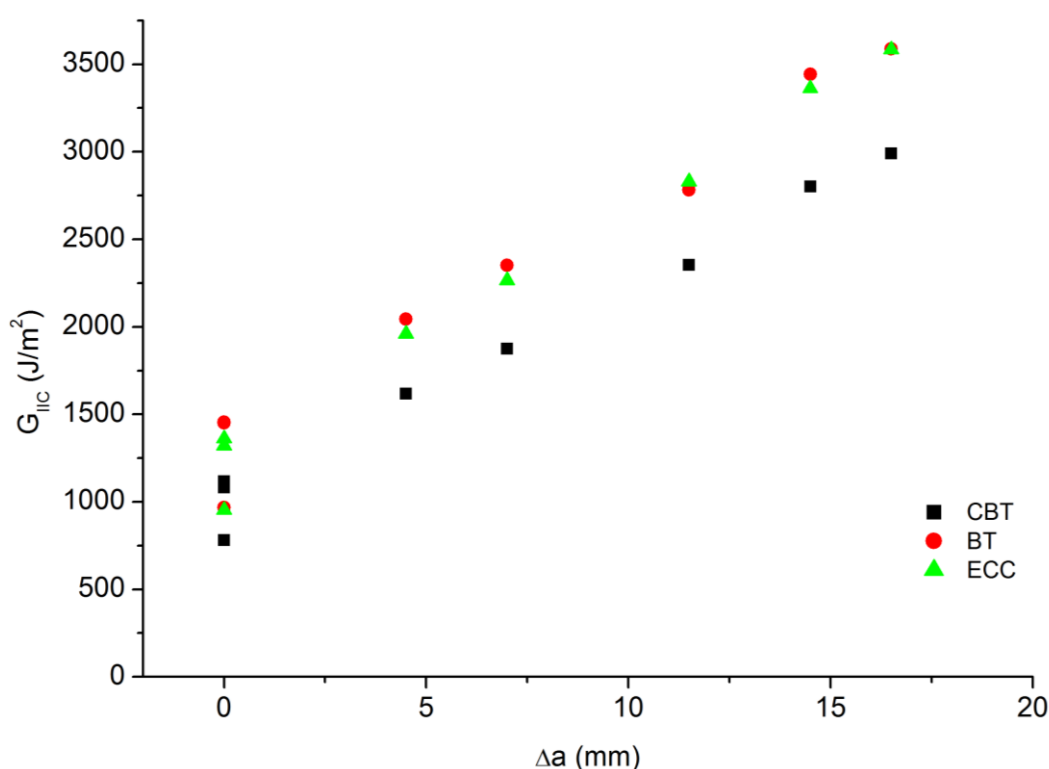


Figura III.16. Curva R per il modo II di un provino del materiale 8HS_8552_B2 che ha mostrato propagazione del difetto durante la prova; confronto dei metodi di riduzione dei dati

Come evidenziato dal confronto tra i metodi di riduzione dei dati, c'è una corrispondenza tra BT ed ECC. Tuttavia la calibrazione sperimentale della cedevolezza è molto sensibile alla precisione della misurazione della lunghezza di cricca sul provino. Dato che in queste prove la determinazione dell'esatto valore di a è più complessa rispetto al caso delle prove DCB, i risultati ottenuti sono più dispersi, in accordo anche con altri lavori a riguardo (24). Inoltre, le diverse prove a lunghezze di cricca differenti e i test in flessione per la determinazione del modulo a taglio G_{13} (necessari per la calibrazione della cedevolezza) sono sensibili a variazioni

di spessore e di frazione in volume di rinforzo, per cui idealmente ogni provino richiederebbe una sua propria calibrazione (27).

Il metodo della *CBT*, con effetto del taglio trasversale, è risultato il più conservativo e la riduzione dei dati è più semplice, non richiedendo altre prove di calibrazione aggiuntive. La variabilità intrinseca del materiale incide con un peso minore sulla riproducibilità dei dati sperimentali che, per questi motivi e per quanto riguarda la tenacità misurata in modo II, saranno sempre riferiti al metodo di riduzione *CBT* con effetto del taglio trasversale e correzioni per grandi spostamenti.

Nel *paragrafo II.3.2.3* - è stato illustrato l'effetto dell'attrito sul valore di tenacità calcolata in modo II. Le due superfici di frattura, soggette ad una forza di compressione, sono costrette a scivolare una sull'altra dissipando energia per effetto dell'attrito. Questo effetto può essere quantificato utilizzando l'equazione II.3.34, con un coefficiente d'attrito $\mu=0.65$ (41). La *Figura III.17* confronta le curve R ottenute riducendo i dati secondo il metodo *CBT* e applicando poi il fattore di abbattimento dovuto all'attrito sopra stimato. La differenza nel punto di innesco è di quasi il 9% ma diminuisce per valori via via crescenti di Δa , essendo l'effetto dell'attrito proporzionale al rapporto h/a . Si ricorda che la stima prevede che l'attrito agisca solo a causa di uno dei carichi esterni applicati, quello dovuto all'appoggio contro il pin nella zona delaminata.

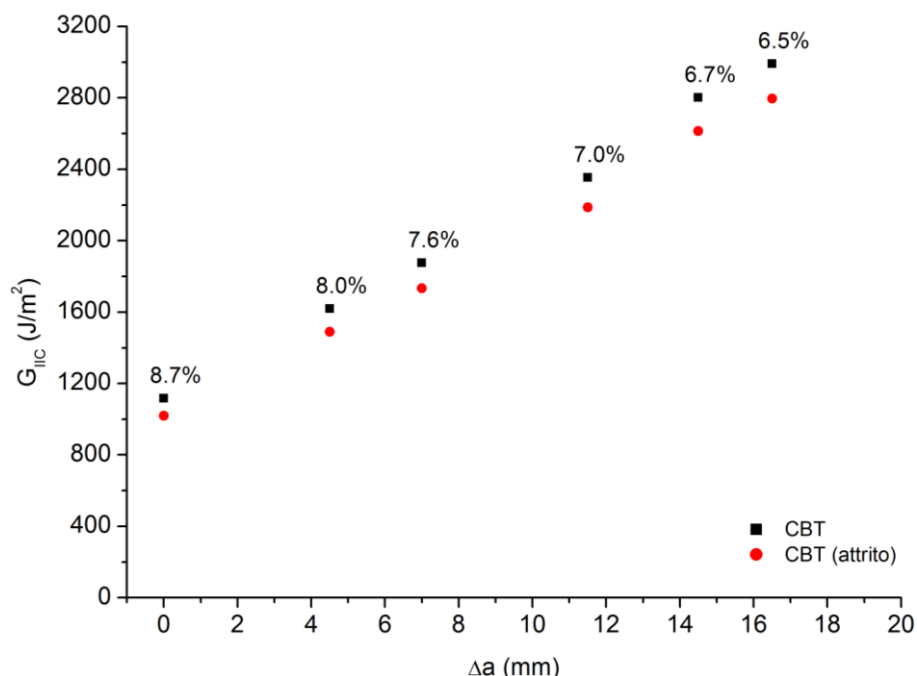


Figura III.17. Stima dell'effetto dell'attrito sulla tenacità calcolata per il modo II; effetto meno significativo all'aumentare della lunghezza della delaminazione e all'allontanarsi dal punto di applicazione del carico

III.2.1 - Compositi ad alta tenacità

In *Figura III.18* vengono presentati i valori di G_{IIC} relativi al secondo batch di materiale 5HS_8552. In *Figura III.19* e *Figura III.20*, sono presentati i valori di G_{IIC} d'innescò per i batch 2 e 3 del materiale 8HS_8552.

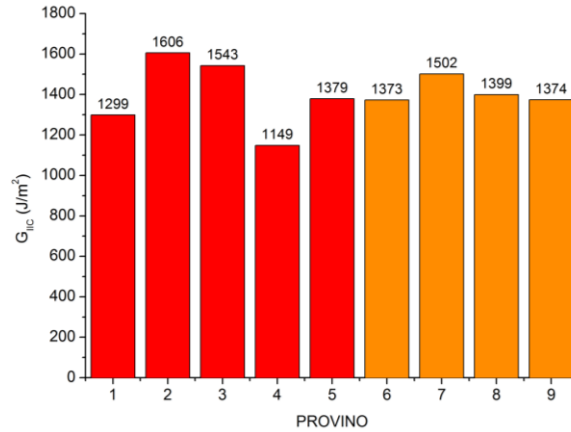


Figura III.18. Valori di G_{IIC} all'innescò, criterio del 5%/MAX; metodo di riduzione dei dati CBT con correzione per taglio trasversale e per grandi spostamenti; materiale 5HS_8552_B2 (rosso: pannello 1; arancione: pannello 2)

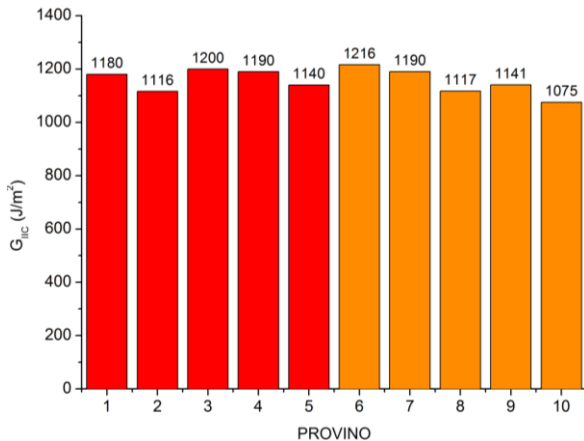


Figura III.19. Valori di G_{IIC} all'innescò, criterio del 5%/MAX; metodo di riduzione dei dati CBT con correzione per taglio trasversale e per grandi spostamenti; materiale 8HS_8552_B2 (rosso: pannello 1; arancione: pannello 2)

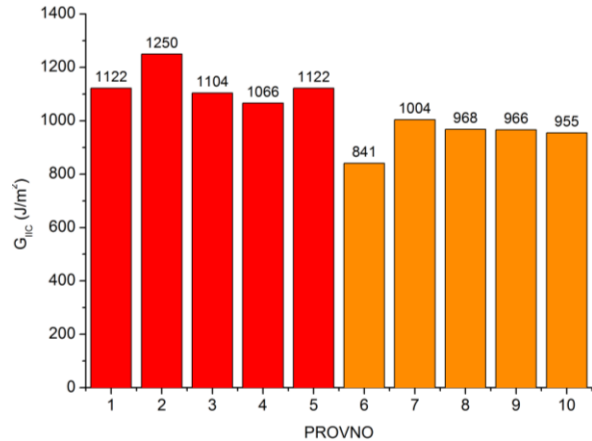


Figura III.20. Valori di G_{IIC} all'innescò, criterio del 5%/MAX; metodo di riduzione dei dati CBT con correzione per taglio trasversale e per grandi spostamenti; materiale 8HS_8552_B3 (rosso: pannello 1; arancione: pannello 2)

In *Figura III.21* sono riportate le curve R dei provini del materiale 8HS_8552_B3 che hanno mostrato propagazione durante la prova senza rottura di schianto. Sono rappresentati i valori dell'innescò con il metodo 5%/MAX ed i punti di propagazione dove è stato possibile determinare con relativa precisione la lunghezza effettiva del difetto. Si è considerato un tratto di Δa limitato a 20 mm poiché oltre l'influenza del campo di compressione del pin centrale prevale sullo sforzo di taglio per cui il modo di sollecitazione non è più in puro modo II.

È evidente la differenza di questa curva R con quella ottenuta per il modo I (*Figura III.3*). I valori della tenacità non hanno più un andamento costante, ma crescono in maniera monotona e apparentemente lineare all'aumentare di Δa . Si può comunque concludere che il comportamento evidenziato non corrisponda ad uno di tipo fragile, segno che i meccanismi che governano la delaminazione per scorrimento sono differenti rispetto alla delaminazione per apertura della cricca.

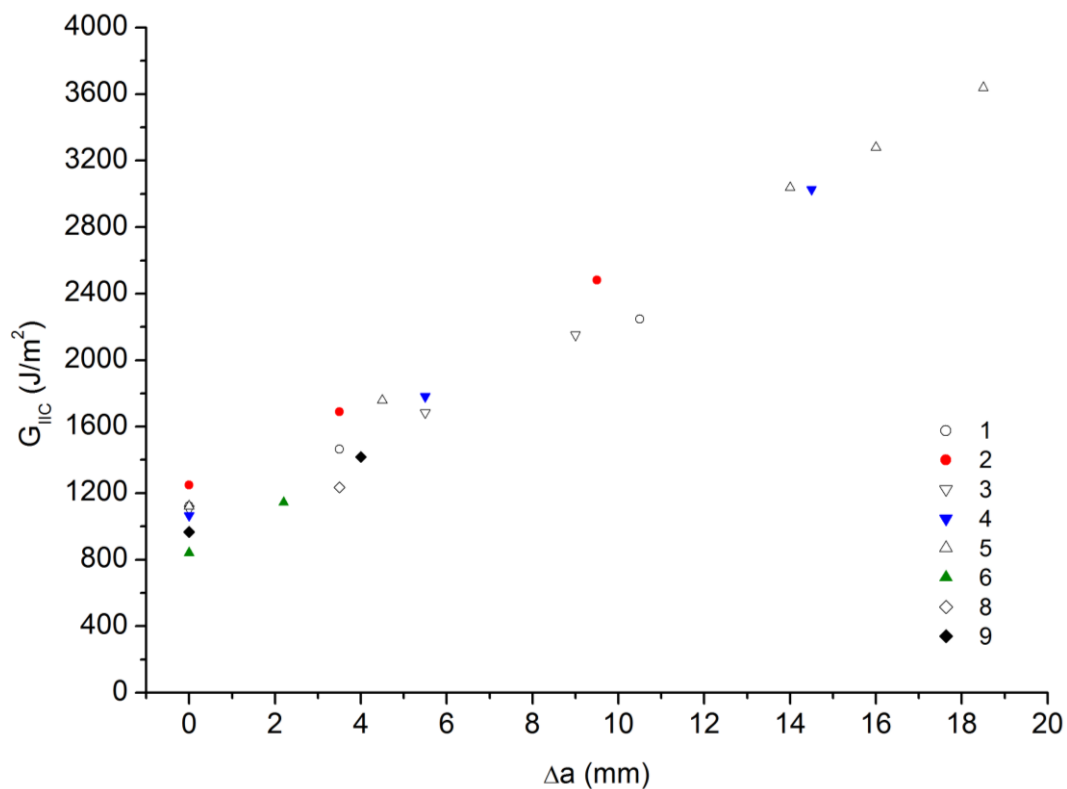


Figura III.21. Curve R in modo II per i provini del materiale 8HS_8552_B3 che hanno mostrato propagazione del difetto

III.2.2 - Discussione dei risultati

Nella seguente *Tabella III.5* sono confrontati i risultati dei test di delaminazione in modo II per i materiali studiati; precisamente la media dei valori d'innesco (metodo del 5%/MAX e correzioni per taglio trasversale e grandi spostamenti) e il coefficiente di variazione.

La tenacità interlaminare del materiale 5HS_914 è molto simile a quella del materiale 8HS_8552. La differenza tra i due materiali con resina ad alta tenacità è invece divenuta più marcata. La differente tessitura pare in questo caso modificare la resistenza a delaminazione del materiale.

MATERIALE	G_{IIC} [J/m ²]	Cv [%]
5HS_8552_B1	1320	11.3
5HS_8552_B2	1403	9.71
8HS_8552_B1	1015	7.44
8HS_8552_B2	1156	3.92
8HS_8552_B3	1040	11.1
5HS_914_B1	964	6.85

Tabella III.5. Confronto dei valori di G_{IIC} all'innesco per i materiali studiati, criterio del 5%/MAX; metodo di riduzione dei dati CBT con correzioni per taglio trasversale e grandi spostamenti

Nella *Figura III.22* sono rappresentati i punti di propagazione registrati per il materiale 8HS_8552_B3 e 5HS_8552_B1. Nonostante le loro medie abbiano una differenza di circa 300 J/m² (*Tabella III.5*), risultano sovrapposti alcuni dei punti d'innesco per i due materiali: gli inneschi dei provini considerati del materiale 5HS sono tutti (escluso uno) sotto la media del materiale, mentre la maggior parte degli inneschi considerati del materiale 8HS sono superiori alla sua media. I punti delle propagazioni sono invece distribuiti con una tendenza di crescita monotona, seppur con una generale dispersione a parità di Δa .

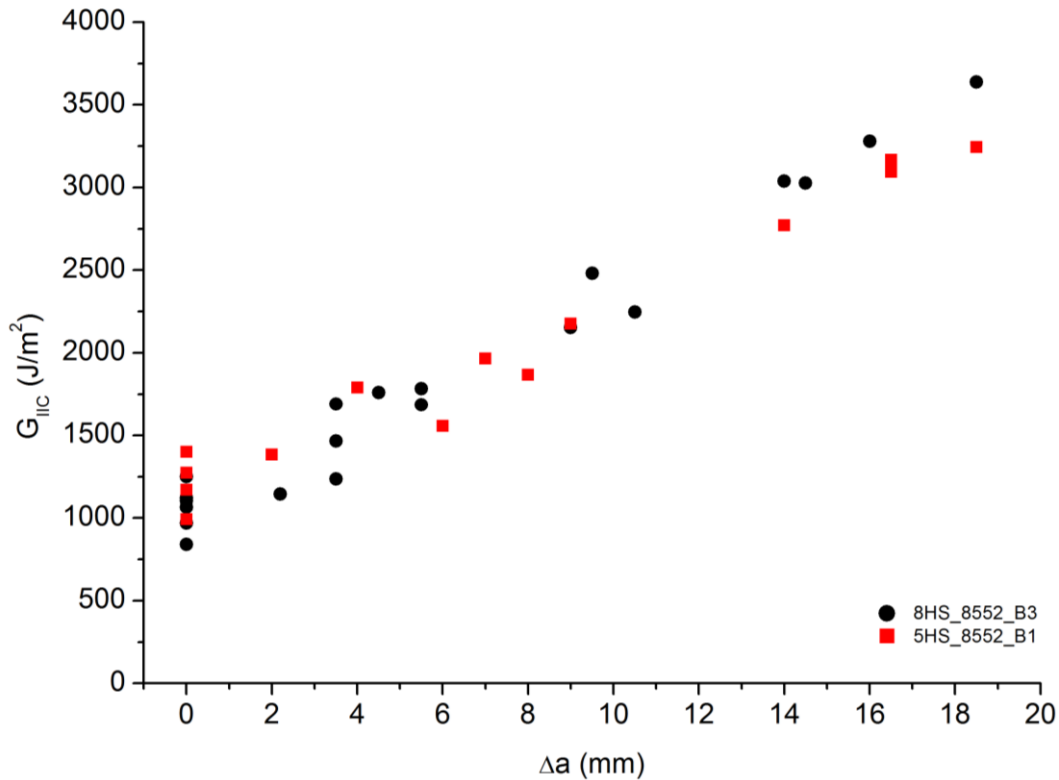


Figura III.22. Confronto tra le curve R in modo II dei materiali 8HS_8552_B3 e 5HS_8552_B1

Questi due lotti di materiale, i cui provini hanno esibito una propagazione stabile durante la prova, sono quelli con medie del valore d'innesco inferiori. Gli altri lotti hanno un valore medio di tenacità maggiore, ma i loro campioni hanno tutti avuto un cedimento catastrofico in corrispondenza di un carico più elevato. Un confronto sulla cedevolezza (ricavata dal primo tratto lineare della curva sperimentale) dei provini dei batch 2 e 3 del materiale 8HS_8552 mostra che i valori medi sono praticamente uguali, $C = 2.115 \cdot 10^{-3} \text{ mm/N}$. Avendo la stessa cedevolezza, si escludono dubbi sull'integrità strutturale dei provini del B3 prima di eseguire i test. Si è portati ad ipotizzare che ciò che interviene a ritardare l'innesco della delaminazione sia un fattore variabile, dovuto al particolare tipo di rinforzo tessuto e che porta al conseguente cedimento di schianto del provino.

Confrontando *Tabella III.4* e *Tabella III.5* si nota come i valori di G_{IIC} sono maggiori di G_{IC} . Questo è un risultato ampiamente confermato dagli studi sulla tenacità interlaminare dei materiali compositi (40) (9).

III.3 - Effetto della temperatura

Le proprietà a frattura interlaminare dei materiali compositi dipendono in gran parte dal contributo della matrice, in termini di meccanismi in atto nella delaminazione e in termini di pura duttilità della resina stessa. È stato mostrato come in modo I e modo II la capacità della resina di deformarsi plasticamente incida sui rispettivi valori del tasso di rilascio di energia. La tenacità interlaminare allora, come tutte le altre proprietà meccaniche dei materiali polimerici, risulterà dipendere dalla temperatura. L'influenza della temperatura sul modulo elastico di un polimero amorfo reticolato è evidenziata schematicamente in *Figura III.23*.

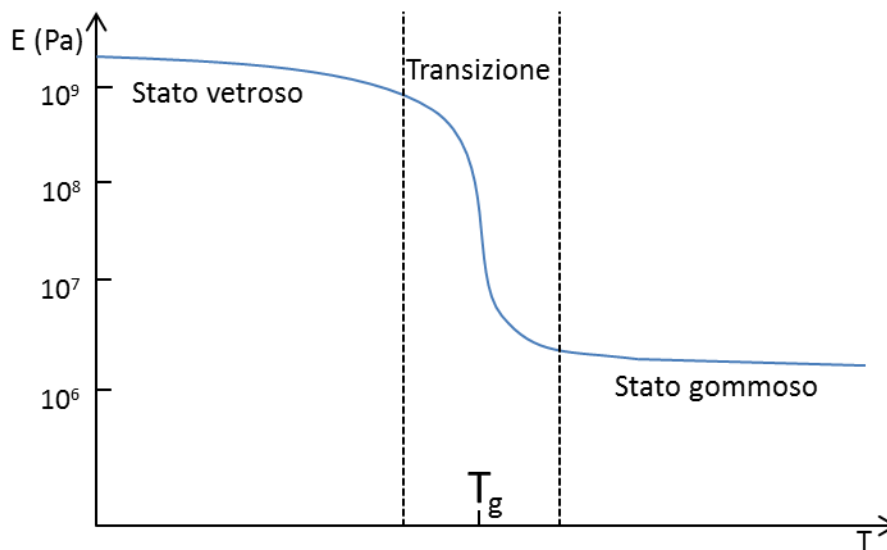


Figura III.23. Andamento del modulo elastico in funzione della temperatura per un polimero amorfo reticolato

La temperatura di transizione vetrosa è la temperatura alla quale si ha un rammollimento del materiale, con una perdita notevole (circa tre ordini di grandezza) in termini di modulo elastico e rigidità. La matrice passa dallo stato rigido vetroso al cosiddetto stato gommoso. Se la T_g è maggiore della temperatura ambiente, il materiale in questione si comporterà come un solido vetroso; se viceversa, la T_g è molto inferiore alla temperatura ambiente, in questa condizione il materiale si comporterà come una gomma.

Le resine utilizzate per la produzione dei compositi studiati sono tenacizzate con gomma, che possiede una T_g molto inferiore rispetto alla temperatura ambiente. Ciò significa che a 25°C la parte epossidica si trova allo stato solido vetroso, mentre le particelle tenacizzanti si trovano allo stato gommoso. A diverse temperature potranno cambiare le proprietà della fase continua (resina), della fase dispersa (gomma), e di riflesso il comportamento del composito.

Per valutare l'effetto della temperatura sul comportamento di questi compositi già nel precedente lavoro (38) sono state eseguite prove a temperature presumibilmente vicine alle T_g della fase dispersa (ipotizzata intorno ai -30°C) e della fase continua (195°C , da scheda tecnica (15)). Sono inoltre state eseguite alcune prove a temperature intermedie per avere un quadro più completo dell'andamento della tenacità nel range di temperatura incluso tra le T_g delle due fasi della resina. Partendo dalle conclusioni tratte dal precedente lavoro, in questo studio si è deciso di eseguire prove a temperature più estreme: -60°C , per valutare la tenacità al di sotto della T_g della gomma; 200°C , per valutare la tenacità al di sopra della T_g della resina epossidica.

La *Figura III.24* riassume i risultati della tenacità misurata in modo I in funzione della temperatura di prova per i tre compositi studiati. Per quanto riguarda le prove a -60°C tutti e tre i compositi hanno una tenacità simile (tra 500 e 550 J/m^2) e inferiore a quella misurata a temperatura ambiente. È plausibile che questa temperatura sia al di sotto della T_g delle particelle di gomma e il loro effetto tenacizzante sia annullato, essendo "congelate" allo stato vetroso le loro macromolecole. Un confronto tra le curve sperimentali ottenute a 25°C e -60°C è presentato in *Figura III.25*. Si vede come, nella prova a -60°C , le fasi di crescita del carico dovute allo *stick-slip* siano più corte e di entità minore, con avanzamenti della cricca più ravvicinati nel tempo e tratti di propagazione rapida più contenuti. Un confronto delle curve R (*Figura III.26*) mostra che i valori di tenacità ottenuti a -60°C siano inferiori rispetto a quelli a temperatura ambiente.

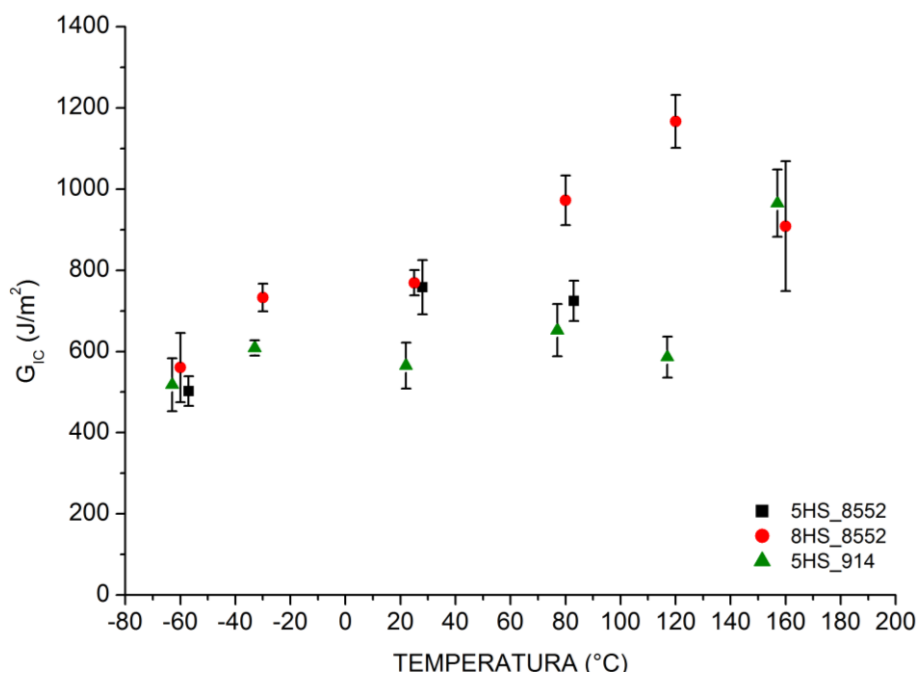


Figura III.24. G_{IC} vs T ; confronto tra i tre compositi studiati

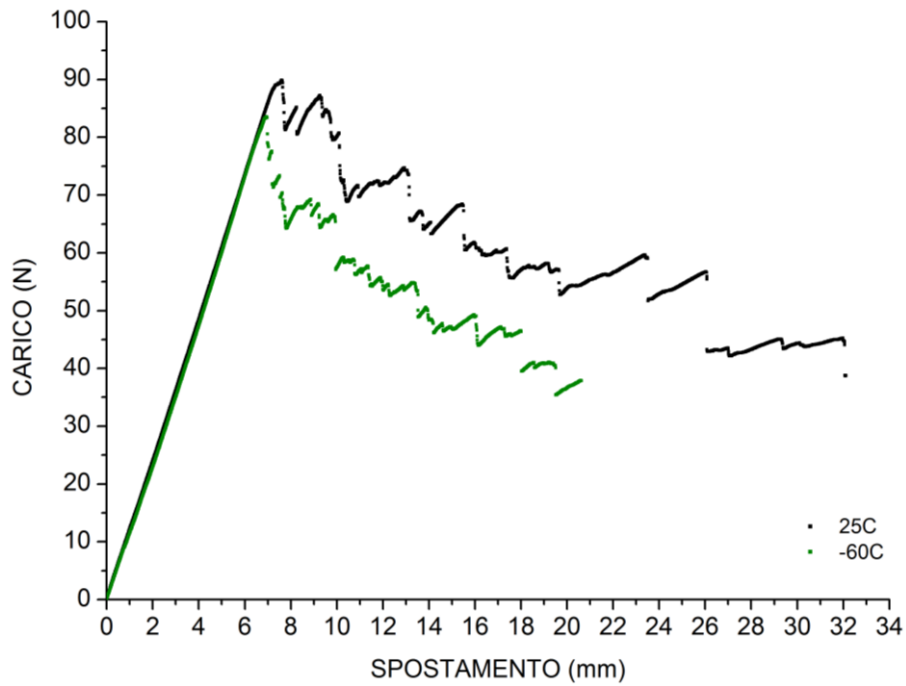


Figura III.25. Curve sperimentali carico-spostamento in modo I a confronto: -60°C e 25°C; materiale 8HS_8552_B1

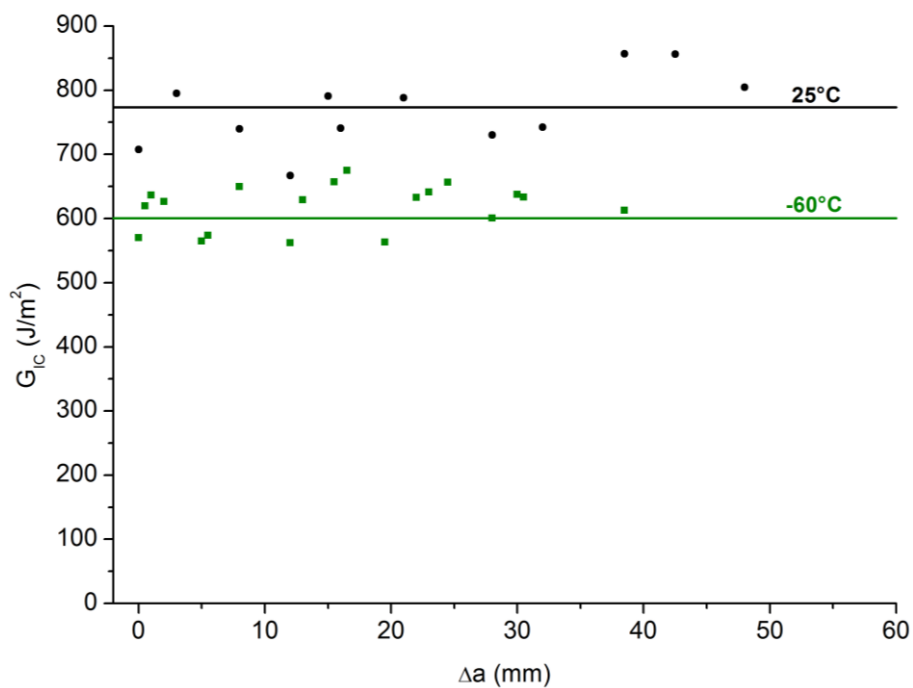


Figura III.26. Curve R in modo I a confronto: -60°C e 25°C; materiale 8HS_8552_B1

A temperatura ambiente la tenacità dei materiali si mantiene pressoché costante rispetto ai valori misurati a -30°C e i valori di G_{IC} dei materiali con resina ad alta tenacità sono superiori rispetto a quelli del materiale a media tenacità. Alle temperature intermedie di 80°C e 120°C queste differenze divengono più marcate dal momento che la tenacità del materiale 8HS_8552

aumenta da circa 800 J/m² (T_{amb}) a circa 950 J/m² (80°C) fino ai 1150 J/m² (120°C). La tenacità del materiale 5HS_914 si mantiene in generale intorno ai 600 J/m².

Avvicinandosi alla T_g della fase epossidica (195°C circa), i valori delle prove effettuate a 160°C tornano ad essere confrontabili per i due materiali testati, sebbene le prove abbiano fornito risultati ben più dispersi come indicato dalle barre d'errore (*Figura III.24*). Riassumendo il comportamento dei materiali: il composito a media tenacità ha una proprietà costante nel campo di temperature compreso tra la T_g della gomma e 120°C; G_{IC} incrementa solo a 160°C avvicinandosi alla T_g della fase epossidica. Il composito ad alta tenacità con tessuto raso *passo 8* (del quale si hanno a disposizione dati per tutte le temperature) mostra invece una tendenza di G_{IC} a crescere all'aumentare della temperatura da -60°C fino a 120°C; a 160°C i due materiali hanno all'incirca la stessa tenacità.

In *Figura III.28* è mostrata la curva sperimentale di una delle poche prove DCB portate a termine a 200°C confrontata con una prova condotta a T_{amb}. La forma delle due curve è notevolmente diversa, scompare l'andamento frastagliato con i picchi e gli scarichi dello *stick-slip*. La curva è più regolare e l'avanzamento della cricca avviene in modo continuo. Il calo netto del carico in corrispondenza di 63 mm di spostamento è dovuto al cedimento del braccio superiore del provino per eccessiva flessione (*Figura III.27*).

Questa differenza nel comportamento emerge anche nei valori di tenacità calcolati: la media dei valori di G_{IC} nei punti di propagazione è all'incirca 2700 J/m², più di tre volte del valore medio a temperatura ambiente (confronto presentato in *Figura III.29*). Le ipotesi su cui si basano i criteri di riduzione dei dati cadono però a questa temperatura, poiché il comportamento del materiale non rientra più nel caso lineare elastico descritto dalla LEFM, ma le dissipazioni viscoelastiche diventano importanti.

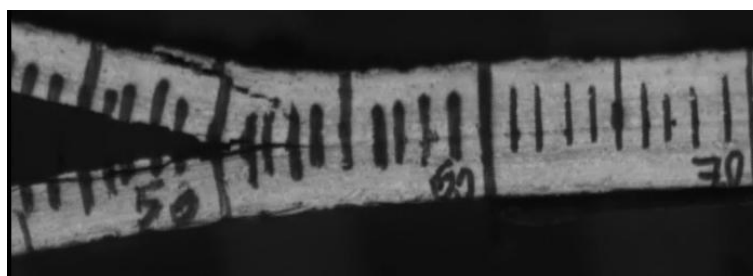


Figura III.27. Rottura per eccessiva flessione del braccio superiore del provino DCB in una prova a 200°C

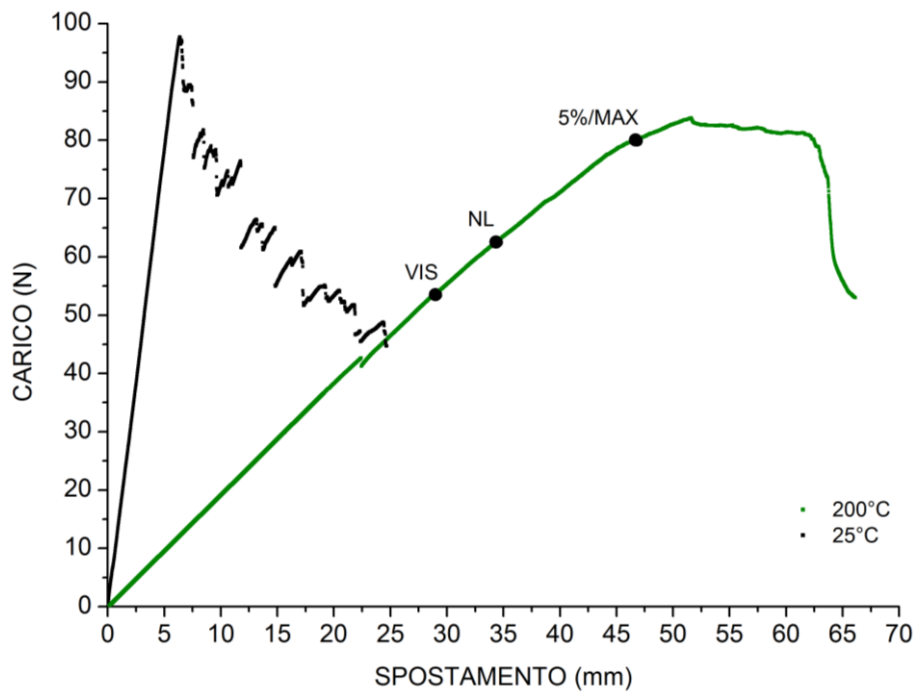


Figura III.28. Curve sperimentali in modo I a confronto: 25°C e 200°C; materiale 8HS_8552_B1; la diversa pendenza del tratto iniziale è dovuta alle diverse lunghezze di cricca iniziali

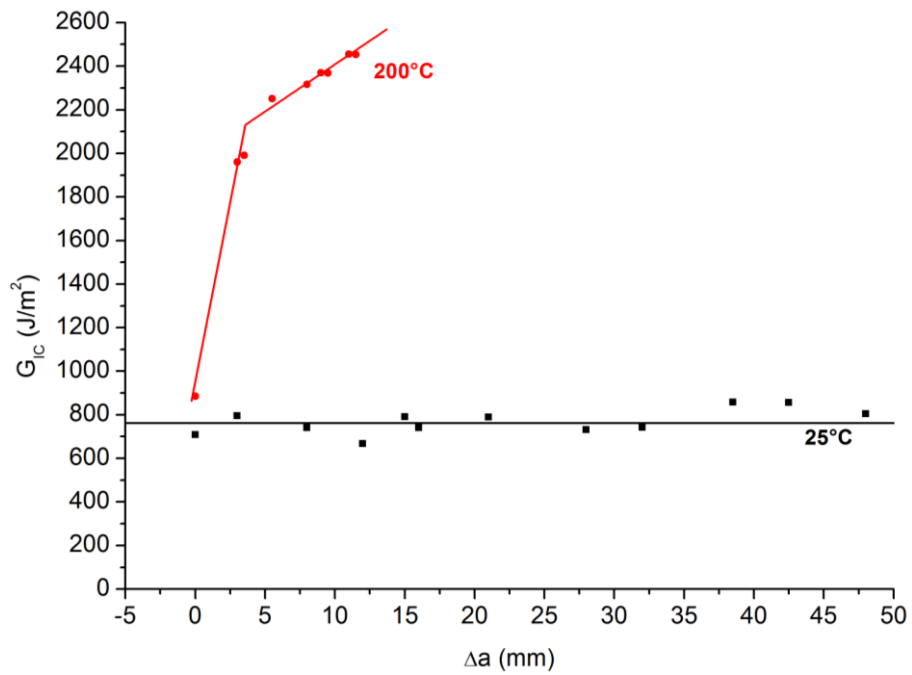


Figura III.29. Curve R in modo I a confronto: 25°C e 200°C; materiale 8HS_8552_B1

Capitolo IV - Analisi frattografica

IV.1 - Ipotesi di relazione tra ΔG , Δa e mesostruttura del materiale

Seguendo le indicazioni in (32) si è pensato di valutare congiuntamente le curve di carico con le superfici di frattura con lo scopo di cercare una possibile relazione tra gli avanzamenti della cricca, Δa ($a_{arresto} - a_{innesco}$), e i corrispondenti valori di tenacità, ΔG ($G_{Cinnesco} - G_{Carresto}$), e la particolare morfologia della superficie di frattura in corrispondenza di innesco e arresto della singola propagazione. L'obiettivo è trovare una correlazione tra la mesostruttura del materiale con il fenomeno dello *stick-slip* per prevedere il comportamento a frattura in una modellazione ad elementi finiti di questo tipo di compositi.

L'idea che sta alla base di quest'ipotesi è che la particolare caratteristica del rinforzo che la cricca incontra all'innesco influenzi quantitativamente l'avanzamento instabile del difetto stesso. Per esempio, può essere che a piccoli avanzamenti corrisponda un fronte della cricca all'innesco con una maggior presenza di fasci di ordito, mentre a grandi avanzamenti corrispondano o una quantità maggiore di fasci di trama che ridistribuiscono il carico o la formazione di un ponte di fibre che hanno contribuito ad aumentare l'energia accumulata e poi dissipata durante l'evento di propagazione.

Anche le caratteristiche della superficie di frattura corrispondente all'arresto possono influenzare l'avanzamento successivo: un fascio di trama incontrato all'arresto oppone una resistenza maggiore al successivo avanzamento del difetto per cui, causa la maggior dissipazione energetica, il processo può arrestarsi dopo una breve propagazione. Così come una zona caratterizzata da minor adesione superficiale fibra-matrice (per un'apprettatura incompleta delle fibre o per una variazione chimica locale della composizione della resina) costituisce un punto meno resistente del materiale per cui la cricca anziché arrestarsi riesce a procedere oltre, dal momento che la dissipazione energetica in questa zona non è sufficiente a fermarne l'avanzamento.

Per verificare questa correlazione, sono state osservate le superfici di frattura nelle posizioni corrispondenti all'innesco e all'arresto dei rapidi avanzamenti della cricca. È stato calcolato il tasso di rilascio di energia all'innesco (con il metodo introdotto in II.4 -) e all'arresto prendendo i punti sulla curva sperimentale in cui il carico ricomincia a crescere dopo la brusca diminuzione dovuta alla propagazione instabile (32). Questi punti sono indicati in verde in *Figura IV.1*.

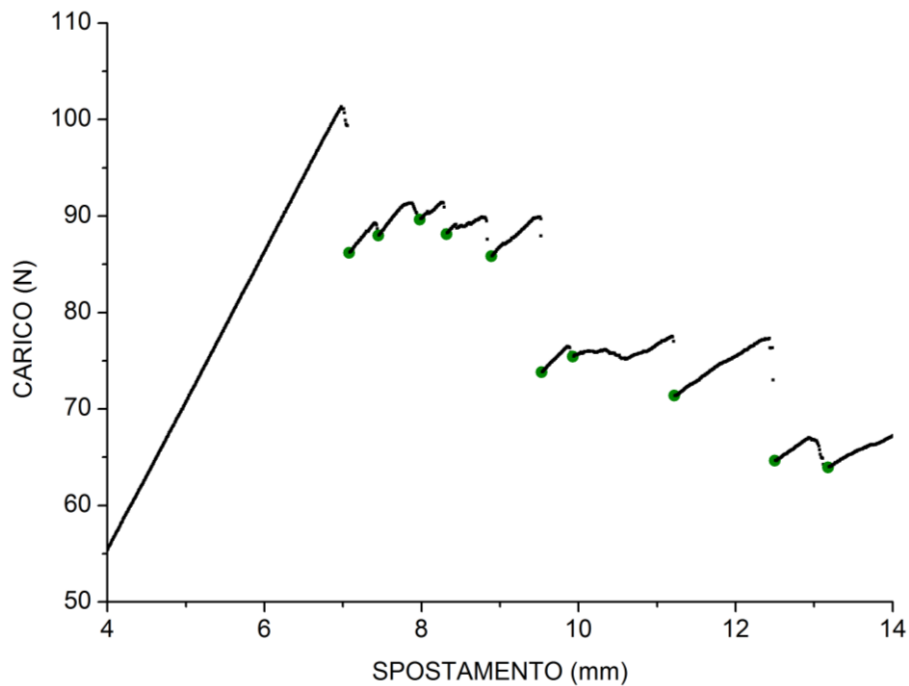


Figura IV.1. Curva di carico di una prova DCB; i punti in verde corrispondono ai punti in cui si calcola G_{arresto}

In *Figura IV.3* sono diagrammati i valori di ΔG in funzione dei rispettivi Δa per tre provini del materiale 8HS_8552_B2. Come si vede i punti sono molto dispersi, e non esiste nessuna chiara correlazione tra le due grandezze. La tendenza è comunque che a propagazioni maggiori corrispondano differenze di tenacità tra innesco e arresto maggiori. Ciononostante diversi brevi avanzamenti del difetto sono avvenuti con una grande differenza in termini di G (ad esempio i salti di 1,5 mm o 2mm, in *Figura IV.3*). Osservando immagini a piccoli ingrandimenti (2,5x) delle superfici di frattura non si notano, per i diversi avanzamenti, differenze rilevanti ad una scala della mesostruttura. Si possono solo identificare caratteristiche macroscopiche come un cambio del piano di delaminazione con un progressivo emergere dei fasci di ordito rispetto ai fasci di trama sulla superficie di frattura, come nel caso illustrato in *Figura IV.2*.

Si sono però potute stimare le posizioni di innesco e arresto utilizzando la griglia laterale dei provini e valutare l'entità dei tratti di propagazione rapida. Il diagramma della distribuzione dei diversi avanzamenti, Δa , con la relativa curva cumulata è mostrato in *Figura IV.8*.

Dall'analisi di queste prove, in *Figura IV.3*, è emersa una possibile classificazione dei meccanismi secondari di frattura in funzione dell'entità dell'avanzamento. La formazione di ponti che interessano frazioni di *tow* di trama tra le due superfici di frattura e la loro successiva rottura si è verificata in un intervallo di Δa compreso tra 1 mm e 2.5 mm. Per avanzamenti compresi tra 3 mm e 4 mm questo fenomeno ha coinvolto dei fasci interi di trama e non delle porzioni di essi (*Figura IV.5*, frame 1 e 3, particolari cerchiati in rosso). Gli avanzamenti della

cricca superiori ai 4 mm sono sempre avvenuti con la formazione di cricche secondarie attorno al fronte principale della cricca (Figura IV.5, frame 3, particolare cerchiato in BLU). La deviazione dal piano di delaminazione, con un profilo laterale della cricca che segue l'ondulazione del tessuto, si è sempre osservata in tutto il campo di Δa (Figura IV.4, frame 2, particolare cerchiato in rosso).

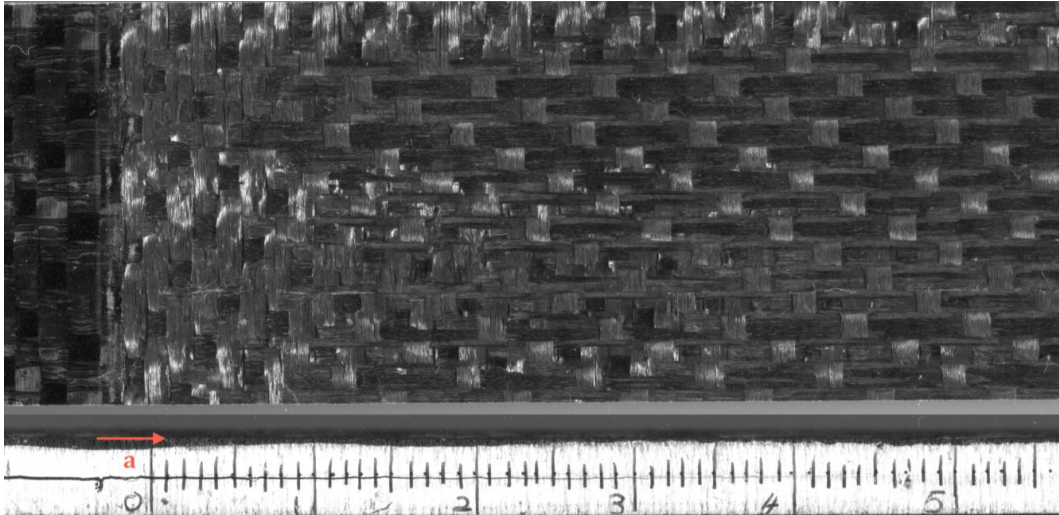


Figura IV.2. 5HS_8552, superficie di frattura in modo I. Progressivo salto del piano di delaminazione da fasci di trama a quelli di ordito della lamina superiore

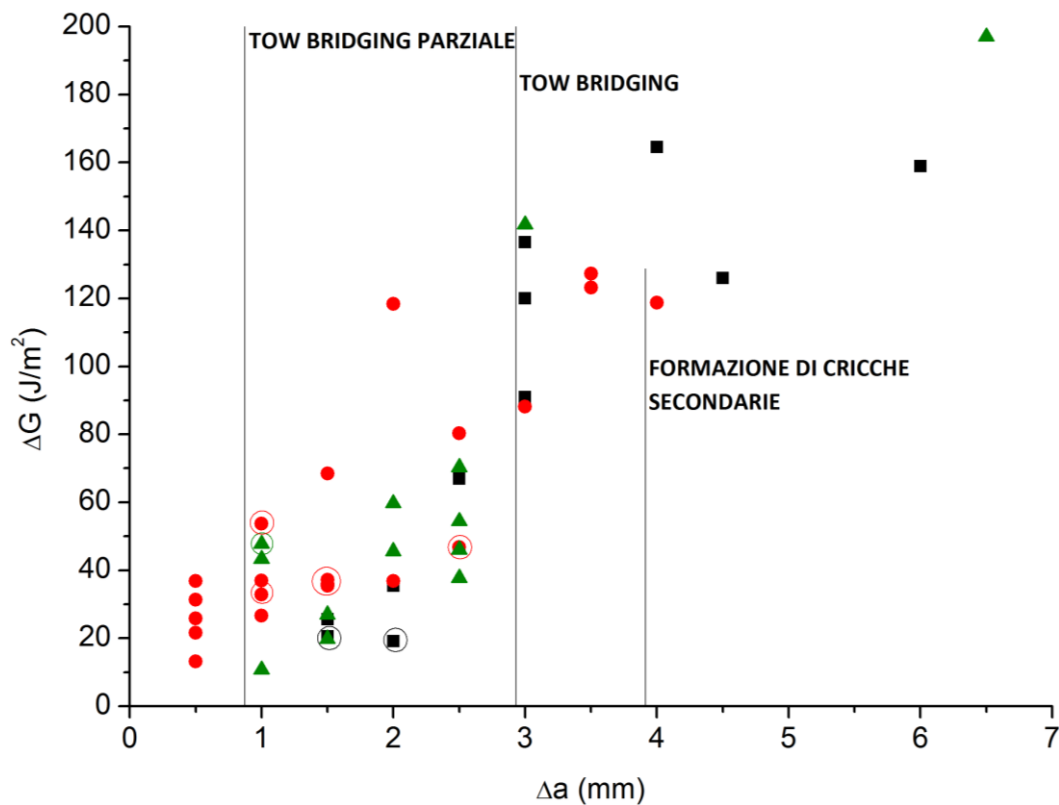


Figura IV.3. ΔG vs Δa per tre provini del materiale 8HS_8552_B2; divisione dei meccanismi di frattura nei diversi intervalli di ampiezza degli avanzamenti di cricca; ai ΔG cerchiati non è corrisposto nessun meccanismo secondario

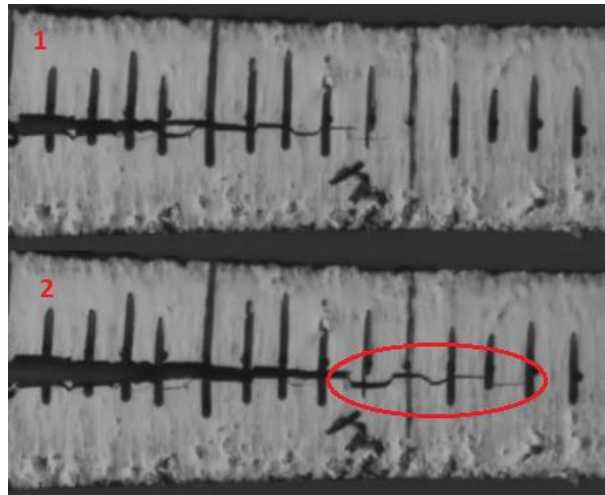


Figura IV.4. Propagazione instabile della cricca, frame per frame: frame 2 (particolare in rosso): deviazione del piano di delaminazione seguendo l'ondulazione del tessuto

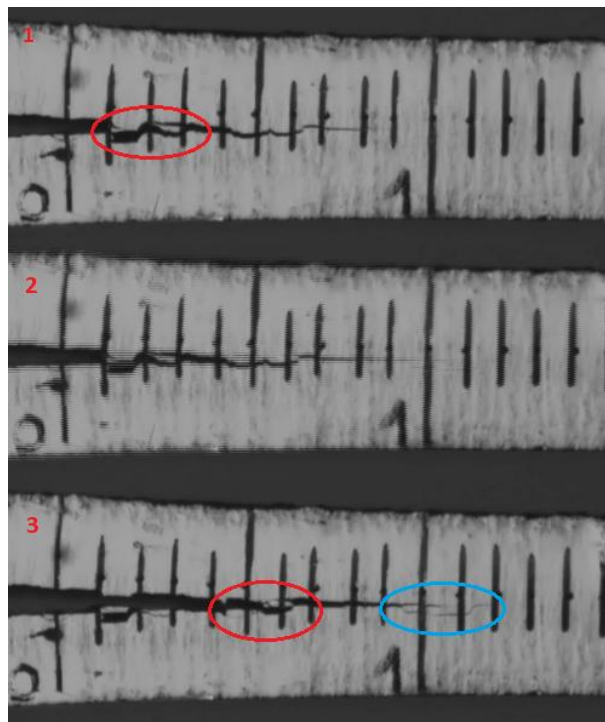


Figura IV.5. Propagazione instabile della cricca, frame per frame; frame 1 (particolare in rosso) e frame 3 (particolare in rosso a 6 mm): rottura di ponti di fibre tra le superfici di frattura; frame 3 (particolare in blu a 9.5 mm): formazione di cricche secondari e diramazione del fronte di cricca

Sono state analizzate nello stesso modo tre prove del materiale 5HS_8552_B2. La Figura IV.6 conferma lo stesso trend dell'altro materiale: ad avanzamenti di cricca maggiori corrispondono ΔG via via più elevati. Tuttavia osservando l'evoluzione della delaminazione nel corso delle prove è emersa una minor tendenza di questo materiale alla formazione di ponti di fibre tra le superfici di frattura. La cricca ha propagato prevalentemente proseguendo nel suo piano di delaminazione, deviando il suo percorso solo negli avanzamenti rapidi più estesi, oppure si

sono formate delle cricche secondarie davanti alla cricca principale che all'avanzamento successivo si sono unite al fronte principale (Figura IV.7).

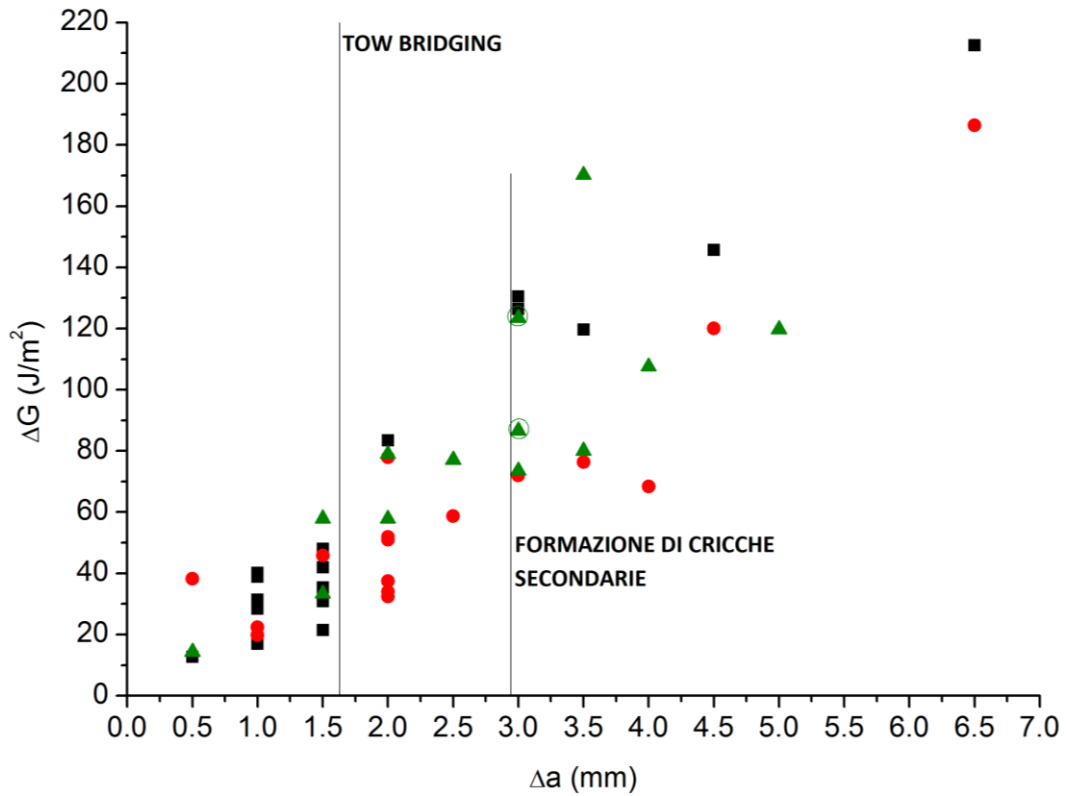


Figura IV.6. ΔG vs Δa per tre provini del materiale 5HS_8552_B2; divisione dei meccanismi di frattura nei diversi intervalli di ampiezza degli avanzamenti di cricca; ai ΔG cerchiati non è corrisposto nessun meccanismo secondario

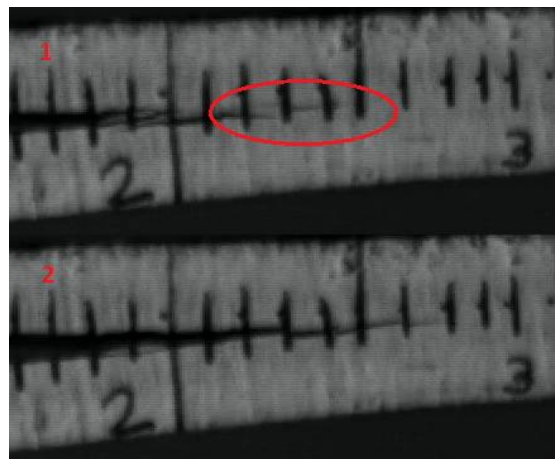


Figura IV.7. Propagazione instabile del difetto; meccanismo di formazione di una cricca secondaria (frame 1, particolare in rosso) che poi coalesce con il fronte principale (frame 2)

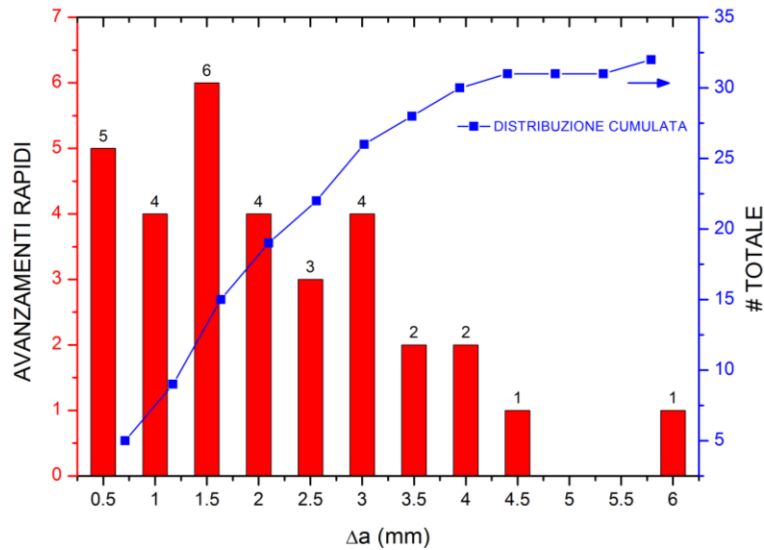


Figura IV.8. Distribuzione delle ampiezze delle propagazioni instabili; istogrammi rossi: numero di salti registrati per ogni ampiezza; linea blu: curva cumulata della distribuzione; materiale 8HS_8552_B2

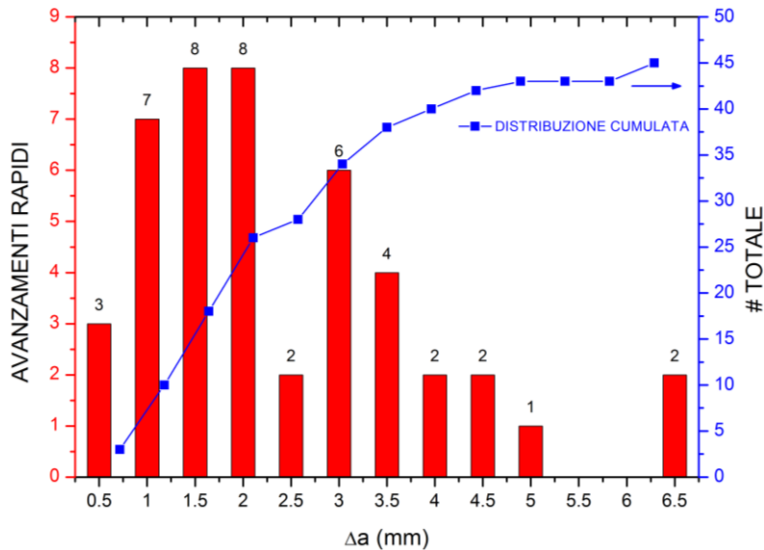


Figura IV.9. Distribuzione delle ampiezze delle propagazioni instabili; istogrammi rossi: numero di salti registrati per ogni ampiezza; linea blu: curva cumulata della distribuzione; materiale 5HS_8552_B2

Confrontando le distribuzioni dei Δa per il materiale 8HS_8552_B2 e per il materiale 5HS_8552_B2 (Figura IV.8 e Figura IV.9 rispettivamente), quest'ultimo è caratterizzato da valori di avanzamento Δa prevalentemente tra 1 e 2 mm mentre per il materiale 8HS_8552 il numero di avanzamenti osservato tra i 0.5 e 3 mm è quasi costante. In entrambi i casi sono presenti pochi casi di Δa maggiori di 4 mm. La sostanziale differenza che viene dal confronto tra questi due materiali è la minor propensione del 5HS_8552 al fenomeno del *tow bridging*. Questo risultato è consistente con quanto riportato in (34).

Rappresentando ora i valori di G_{Carresto} in funzione della lunghezza di cricca (*Figura IV.10*, per il materiale 8HS_8552_B2) questi non sono costanti, come emerso invece da letteratura per la resina epossidica non rinforzata (32). Probabilmente, le molteplici interazioni tra i meccanismi di frattura che il tessuto di rinforzo introduce nel comportamento del composito limita la capacità di questo tipo di analisi di fornire un risultato concreto per questa correlazione. L'aver individuato una corrispondenza tra i meccanismi secondari di frattura e l'entità degli avanzamenti rapidi della cricca è comunque uno spunto per uno studio più approfondito sull'argomento.

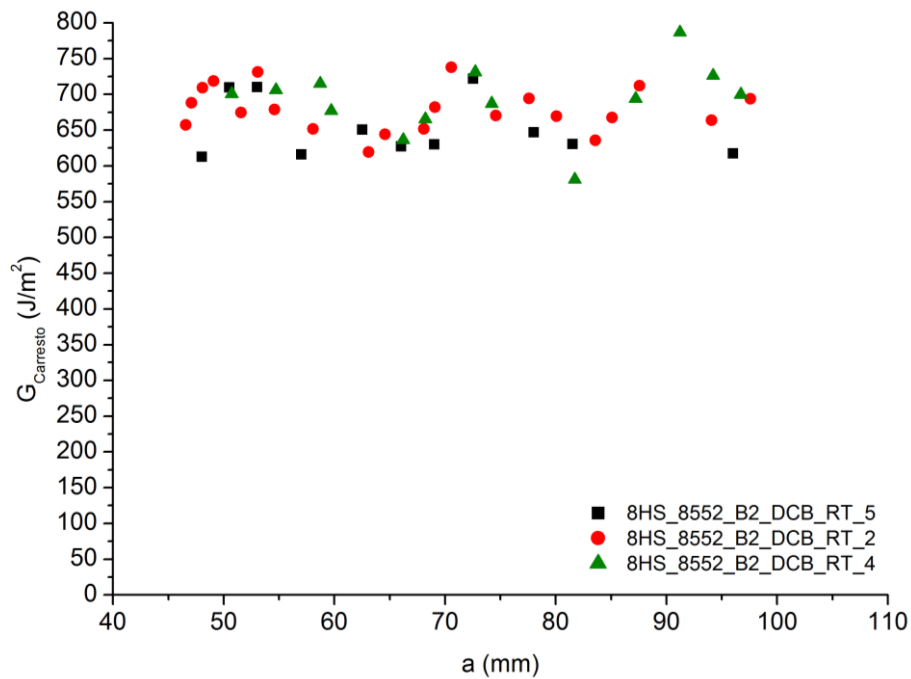


Figura IV.10. G_{Carresto} in funzione della lunghezza del difetto per tre provini del materiale 8HS_8552_B2

IV.2 - Differenze indotte dai modi di sollecitazione e dalla temperatura sulla morfologia delle superfici di frattura

Le superfici di frattura sono state osservate al microscopio a scansione elettronica (SEM) per valutare le differenze indotte dai modi di sollecitazione e dalla temperatura sulla loro morfologia. Da letteratura (9), per materiali rinforzati con tessuto il modo di sollecitazione incide poco. Il rinforzo intrecciato maschera le *features* principali delle superfici di frattura riscontrate nei compositi unidirezionali: le impronte lasciate dalle fibre, le cuspidi (modo I) e le bande di matrice deformata (*hackles*, modo II). L'origine di questi *hackles* è generalmente attribuita alla deformazione a taglio della resina che sviluppa delle microcricche a 45° rispetto al piano della cricca principale (direzione dello massimo sforzo normale) (Figura IV.11). Queste poi si lacerano durante l'apertura e l'avanzamento della delaminazione lasciando queste bande sollevate sulla superficie di frattura (42).

In generale, le superfici di frattura in modo I risultano "regolari" e omogenee nelle diverse zone della delaminazione, con poche fibre esposte e cuspidi di resina. Mentre in modo II, dove l'azione del taglio è prevalente, si osservano molto più distintamente le *hackles* nella resina tra le fibre, che hanno una tendenza maggiore a scollarsi ed essere esposte durante la delaminazione. In modo II la superficie di frattura assume perciò un aspetto più frastagliato. Studi frattografici sulla delaminazione in modo II (37) hanno confermato questa tendenza. Le microfrazture per deformazione a taglio che si creano davanti all'apice del difetto coalescono quando lo sforzo raggiunge un livello critico e sviluppano durante la delaminazione le cosiddette *shear band* (Figura IV.11).

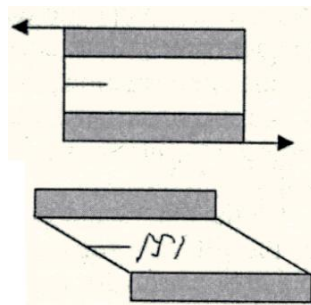


Figura IV.11. Meccanismo di formazione di microcricche nella matrice causate dallo sforzo di taglio dovuto ad una sollecitazione in modo II

Dalle immagini delle superfici di frattura del materiale 5HS_914 ottenute con un ingrandimento leggero (15x) nel precedente lavoro su questi materiali (38), Figura IV.12 e Figura IV.13, emerge che l'aspetto del tessuto nei due modi di sollecitazione è simile, mentre è più visibile in modo II la resina deformata. Immagini più ingrandite (1500x), ottenute via SEM in prove a

temperatura ambiente mostrano le medesime differenze. Una superficie di frattura più regolare caratterizza il modo I (*Figura IV.14*); le fibre sono rimaste coperte dalla matrice per cui la frattura è avvenuta all'interno della resina. In modo II (*Figura IV.15*) invece alcune fibre sono interamente scoperte e la matrice presenta numerose cuspidi e frammenti isolati. Inoltre le deformazioni plastiche diffuse e lo scollamento di alcune fibre riflettono i valori maggiori di G_{IIC} rispetto a G_{IC} .

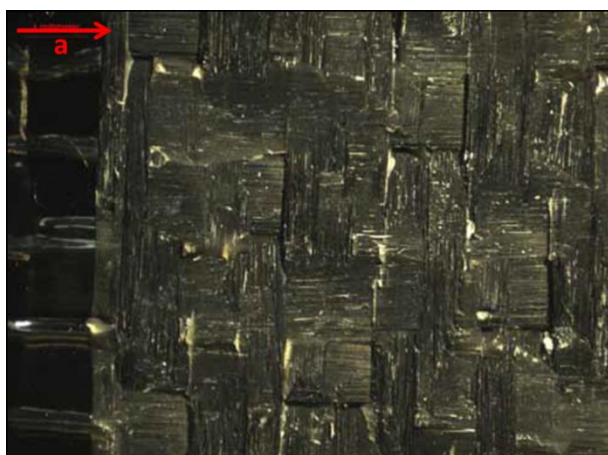


Figura IV.12. 5HS_914, superficie di frattura modo I (15x)

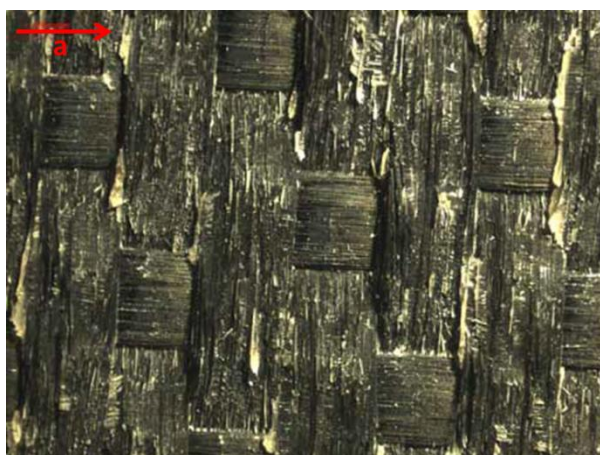


Figura IV.13. 5HS_914, superficie di frattura modo II (15x)

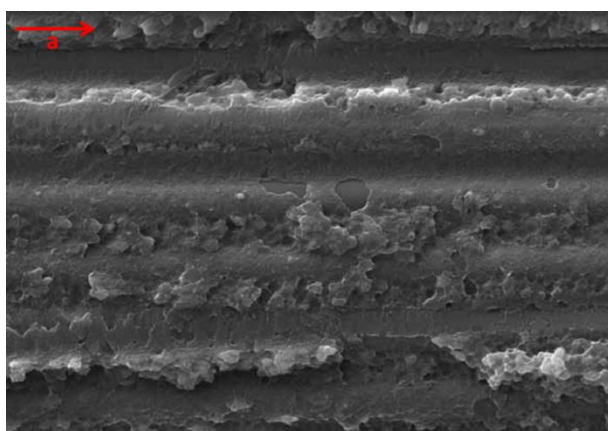


Figura IV.14. 5HS_914, superficie di frattura in modo I, ingrandimento di un fascio di ordito (1500x)

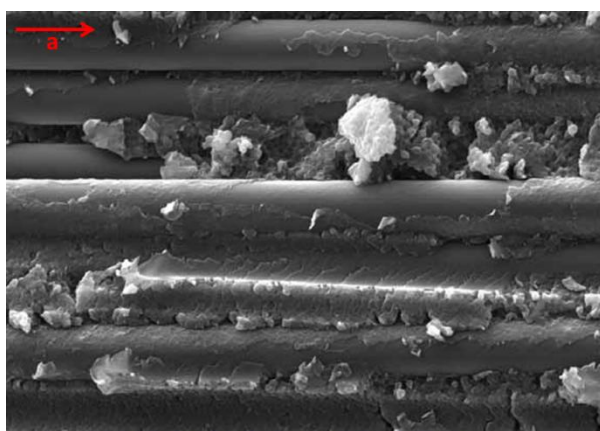


Figura IV.15. 5HS_914, superficie di frattura in modo II, ingrandimento di un fascio di ordito (1500x)

Per quel che riguarda l'effetto della temperatura, si sono osservati con un basso ingrandimento (30x o 50 x) gli incroci dei fasci di trama e ordito delle prove condotte a -60°C (*Figura IV.16*, *Figura IV.17*) e a 200°C in modo I (*Figura IV.18*, *Figura IV.19*). L'aspetto del tessuto è simile alle due temperature, in particolare a 200°C sono più evidenti i fasci di fibre spezzate. La differenza principale è l'aspetto della resina: a -60°C è presente in forme frastagliate e spigolose; a 200°C (*Figura IV.19* in particolare) sono più evidenti le linee di deformazione plastica della matrice

orientate nel senso di avanzamento del difetto. Ad una temperatura pari alla T_g della resina, la deformazione plastica è infatti elevata.

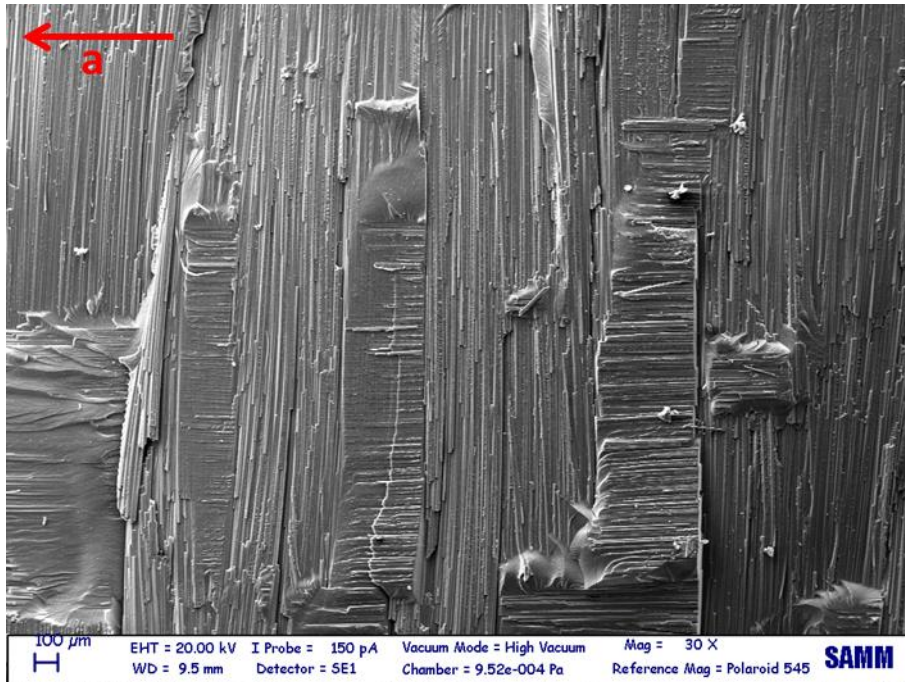


Figura IV.16. 5HS_8552; modo I; -60°C; 30x; incroci di fasci di trama e ordito

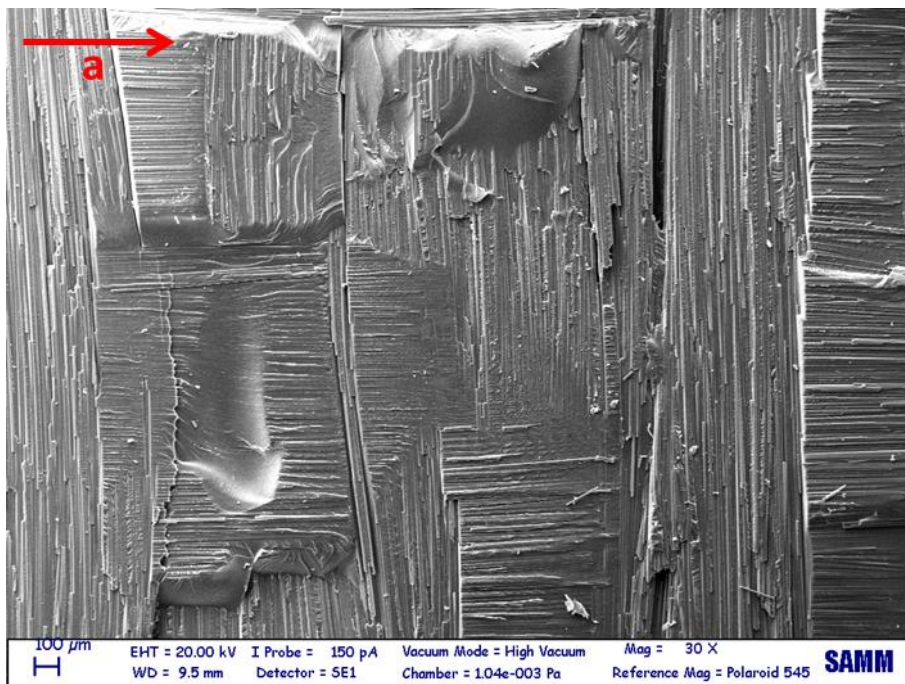


Figura IV.17. 8HS_8552; modo I; -60°C; 30x; incroci di fasci di trama e ordito

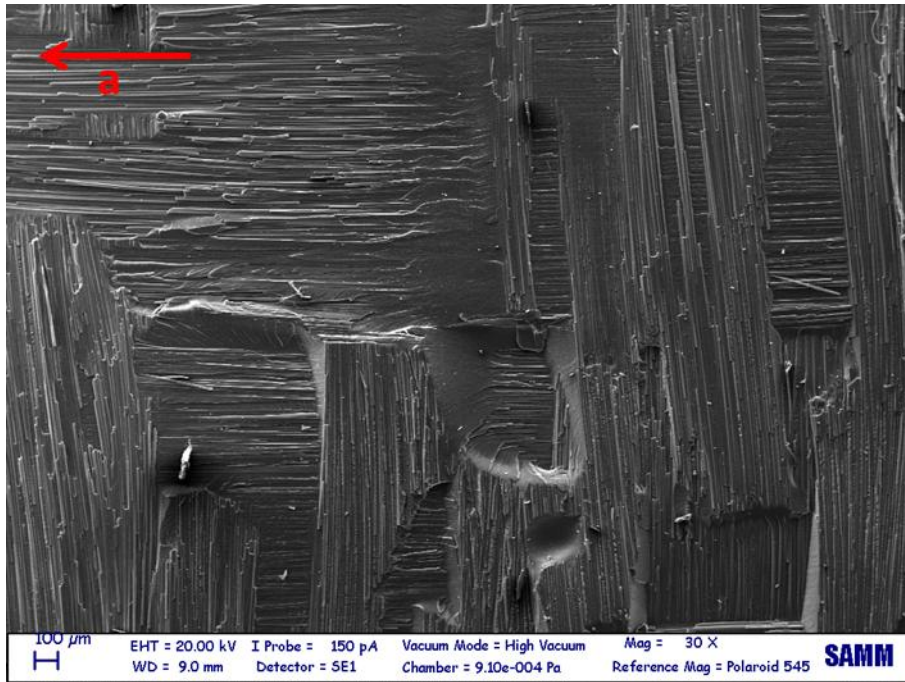


Figura IV.18. 5HS_8552; modo I; 200°C; 30x; incroci dei fasci di trama e ordito

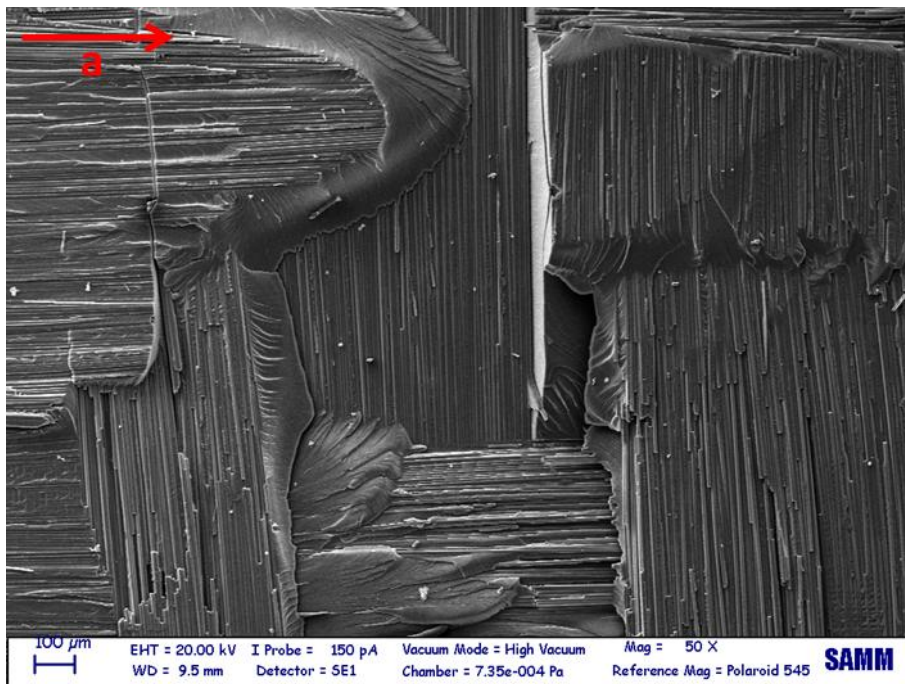


Figura IV.19. 8HS_8552; modo I; 200°C; 50x; incroci dei fasci di trama e ordito

Diminuendo la scala di osservazione fino ad osservare un singolo fascio di trama si osservano nei due materiali ad alta tenacità le fibre esposte con una superficie liscia (per cui l'adesione interfacciale non era ottimale). Si osservano anche *hackles* di resina dove la frattura attraversa la trama, feature caratteristica del modo II (37), anche se le prove sono state condotte in modo I. Gli *hackles* sono orientati perpendicolarmente alla direzione di propagazione del difetto

(Figura IV.20 e Figura IV.21, ingrandite in Figura IV.23). Nella superficie di frattura della prova a 200°C si nota ancora una scarsa adesione interfacciale, mostrata dai solchi completamente lisci lasciati dalle fibre in Figura IV.22, mentre gli *hackles* sono meno evidenti (Figura IV.24). Il profilo degli *hackles* osservati sui provini fratturati a -60°C è pronunciato e spigoloso poiché la resina è molto rigida ed elastica a quella temperatura. Le conformazioni delle superfici di frattura delle prove a 200°C sono invece meno in rilievo, indice di un rilassamento dopo la lacerazione della resina indotto dalla temperatura superiore alla sua T_g .

Nella Figura IV.25 e Figura IV.26 è riportato un confronto tra le superfici di frattura ottenuto al variare della temperatura: a -60°C si osservano cuspidi di resina con una superficie frastagliata e creste molto definite; a 200°C è evidente la deformazione plastica della matrice in una regione all'incrocio tra un fascio di ordito e trama, e le creste di lacerazione della resina sono arrotondate e meno pronunciate (visibili ad un ingrandimento maggiore in Figura IV.27)

In generale la frattura è risultata adesiva all'interfaccia tra fibra e matrice, tuttavia in alcune zone si è osservata una frattura coesiva all'interno della matrice associata ad una particolare conformazione della superficie a forma di rete (Figura IV.28) con le fibre di trama ricoperte incrociate dalle tracce delle fibre di ordito (meno evidenti).

Sulla superficie del composito a media tenacità fratturato a -60°C, in Figura IV.29, sono presenti i solchi lasciati dalle fibre del piano superiore e la resina ha un aspetto diverso, più tipico del modo I, con molte cuspidi e frammenti isolati di resina e gomma (particolare ingrandito in Figura IV.30). Il diverso aspetto della matrice riflette la diversa formulazione con la quale essa è stata tenacizzata. È chiara la presenza delle particelle di gomma che danno un effetto di "sfiocatura" sulla superficie della resina nel materiale a media tenacità, mentre gli altri due compositi rinforzati con un network polimerico di gomma, *interpenetrating polymer network*, (come proposto dallo studio (38)) presentano una deformazione più omogenea.

Sebbene macroscopicamente il modo di sollecitazione imposto dalla prova sia il modo I di apertura, si può ipotizzare che ad una scala mesoscopica il meccanismo di sollecitazione sia in realtà misto I/II, oppure che il meccanismo comunemente accettato per la formazione degli *hackles* debba essere rivisto.

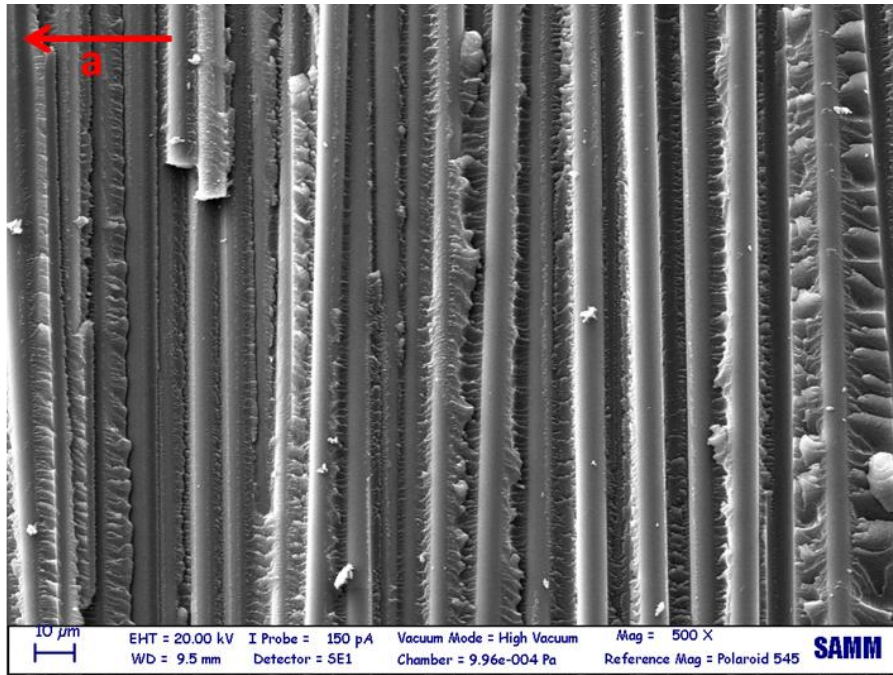


Figura IV.20. 5HS_8552; modo I; -60°C; 500x; fascio di trama: fibre esposte e spezzate, cuspidi spigolose di resina

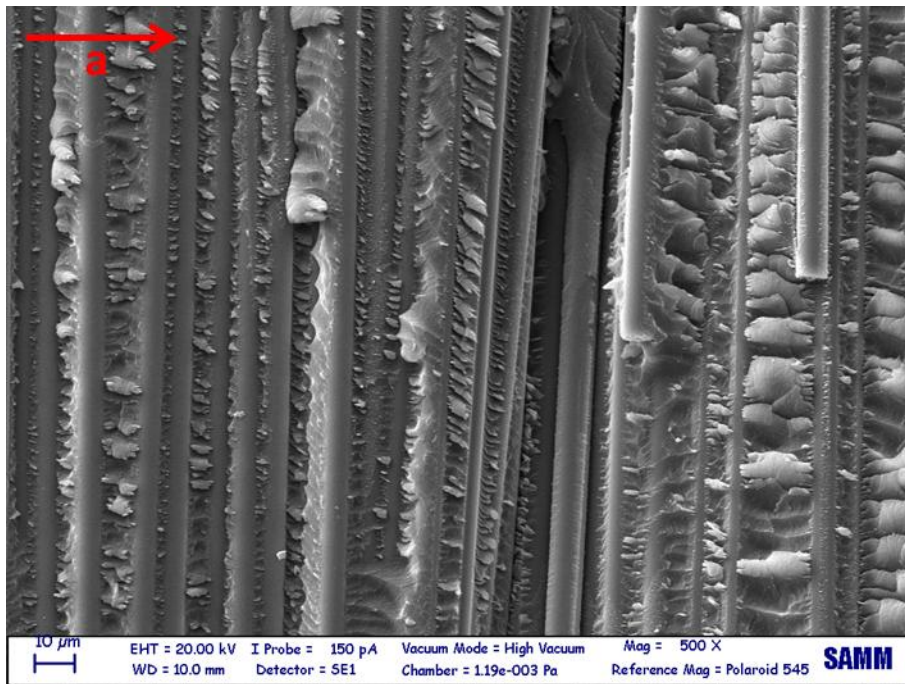


Figura IV.21. 8HS_8552; modo I; -60°C; 500x; fascio di trama: fibre esposte e spezzate, cuspidi spigolose di resina

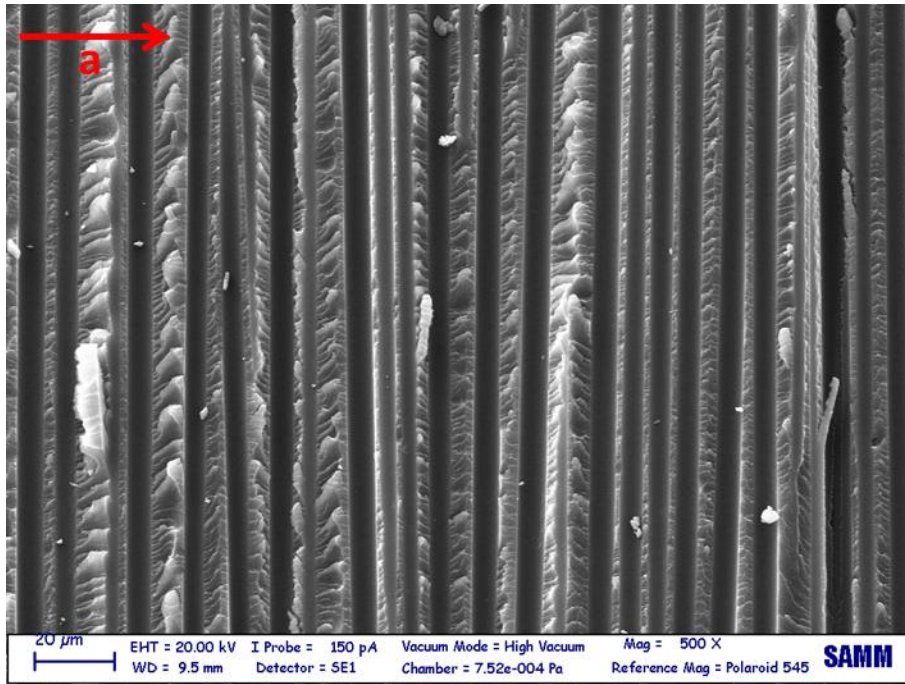


Figura IV.22. 8HS_8552; modo I; 200°C; 500x; tracce pulite lasciate dalle fibre e hackles meno evidenti e dettagliati

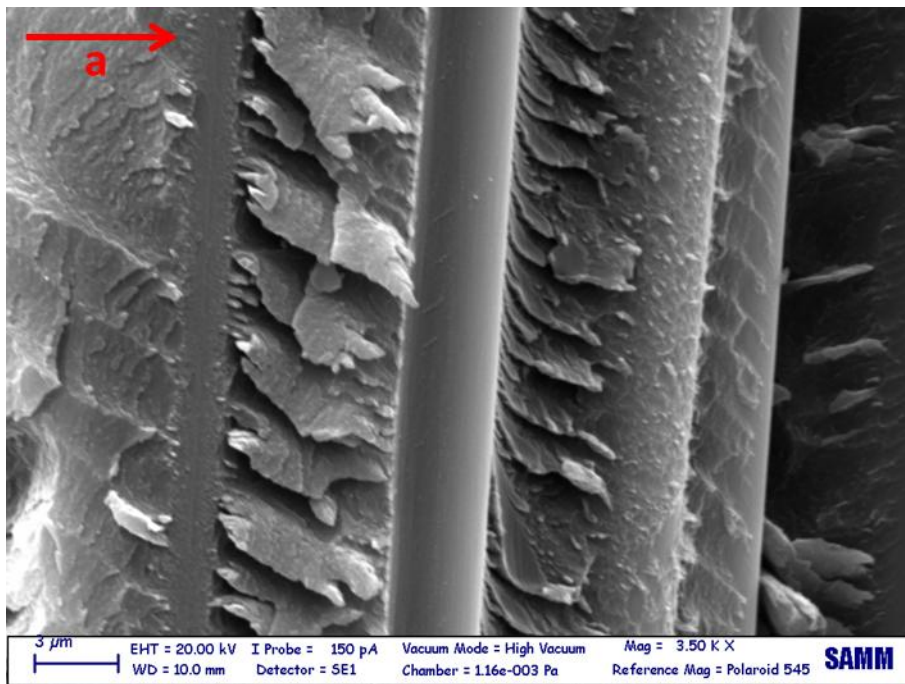


Figura IV.23. 8HS_8552; modo I; -60°C; 3500x; traccia centrale di una fibra scollata con superficie pulita (si notano le linee di filatura della fibra); formazione di hackles orientati secondo la propagazione del difetto negli spazi tra le fibre

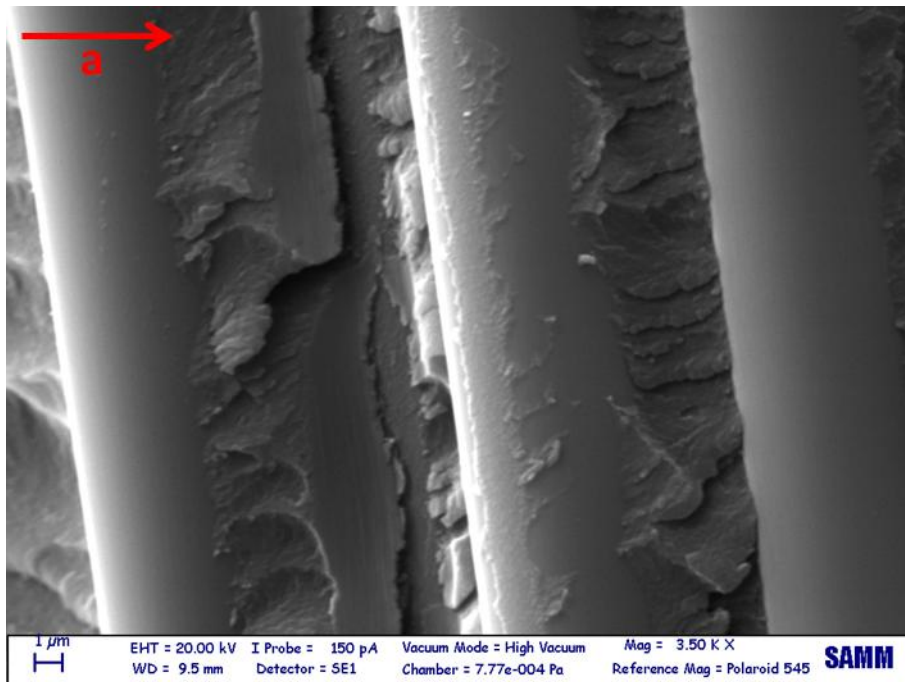


Figura IV.24. 8HS_8552; modo I; 200°C; 3500x; fibre completamente scoperte e hackles meno evidenti e spigolosi a causa della maggior deformazione plastica della resina e del suo rilassamento ad una temperatura superiore alla sua T_g

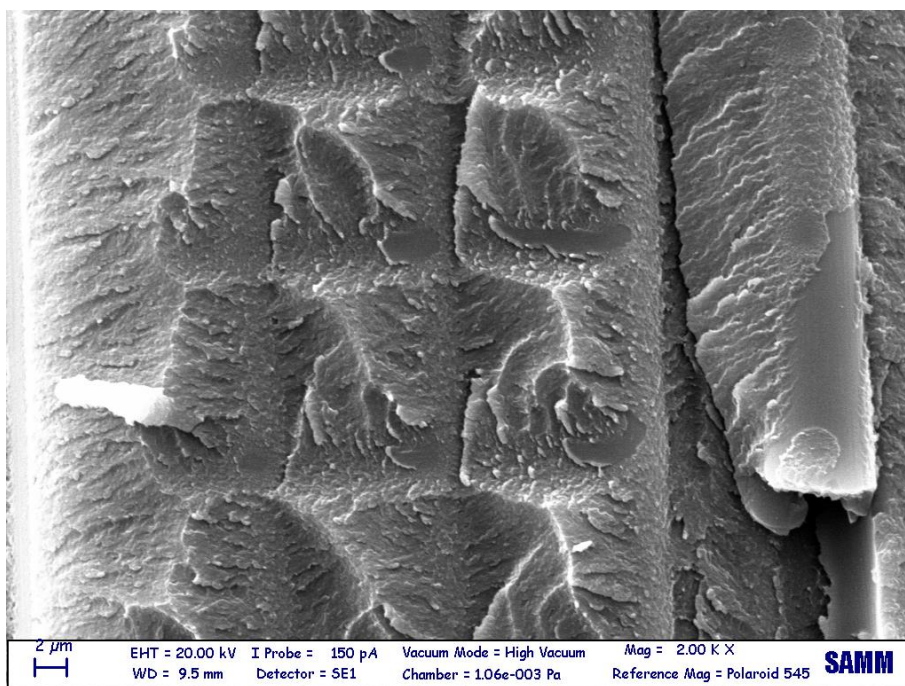


Figura IV.25. 8HS_8552; modo I; -60°C; particolare delle cuspidi di resina: superficie frastagliata con creste ben definite poiché sia la fase continua che quella dispersa della resina tenacizzata si trovano allo stato rigido vetroso

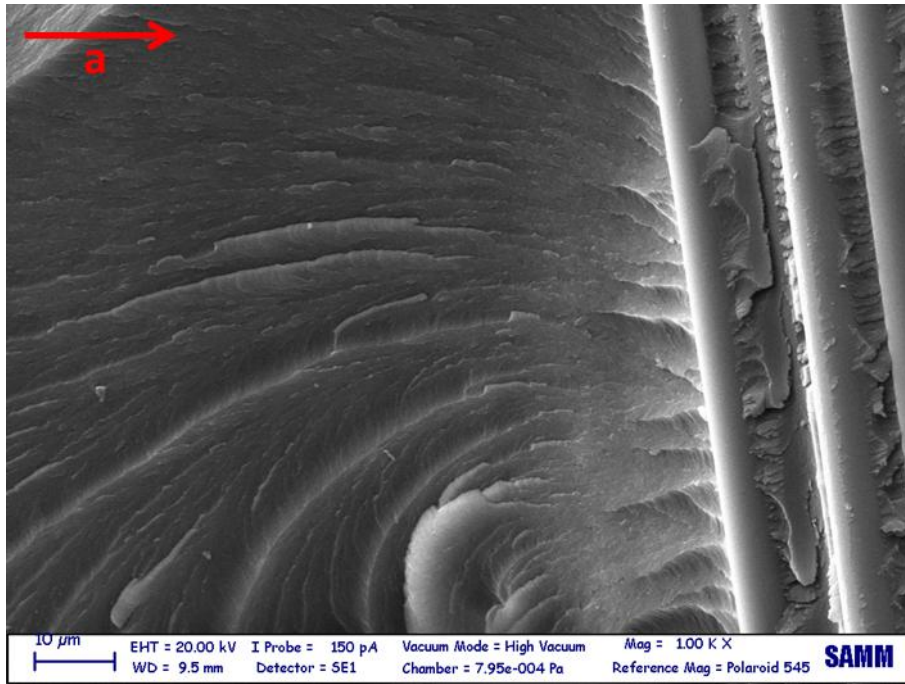


Figura IV.26. 8HS_8552; modo I; 200°C; 1000x; particolare delle linee di deformazione plastica della resina

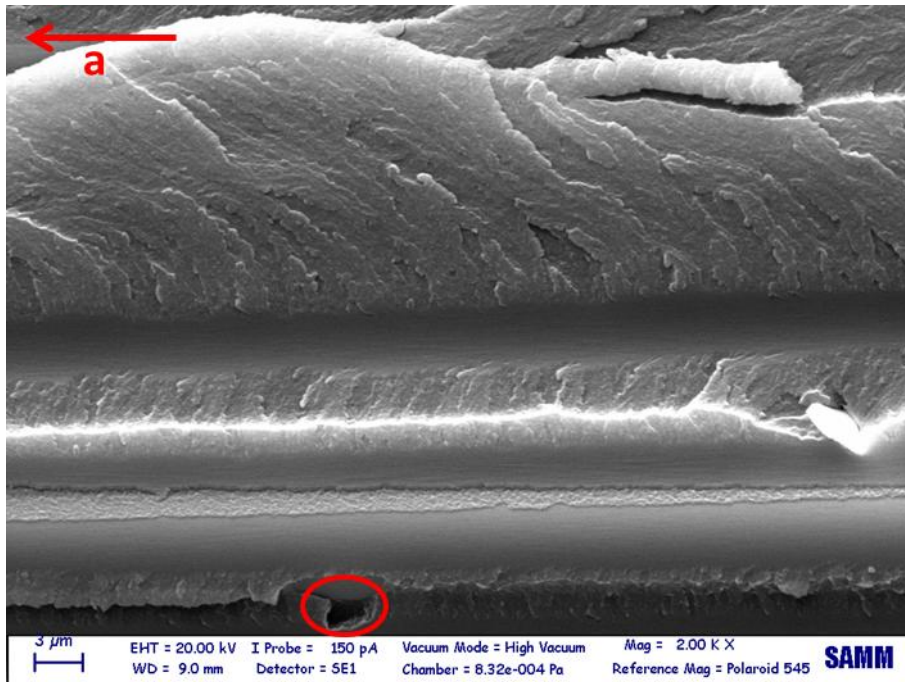


Figura IV.27. 5HS_8552; modo I; 200°C; 2000x; particolare della resina con un aspetto più arrotondato e creste poco pronunciate; cavità lasciata da una bolla d'aria intrappolata in fase di laminazione e reticolazione(particolare cerchiato in rosso)

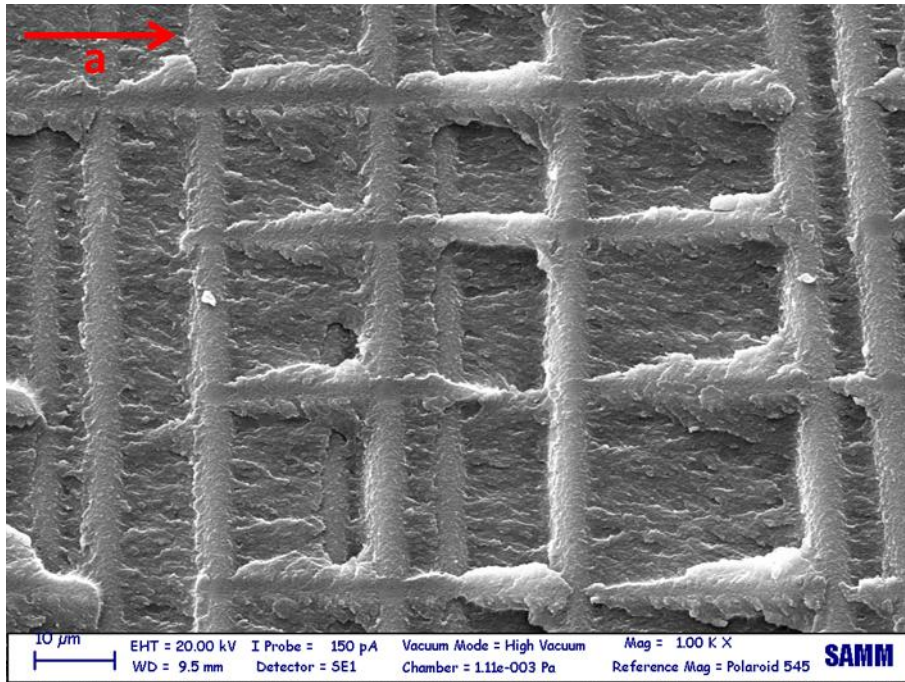


Figura IV.28. 8HS_8552; modo I; -60°C; 1000x; frattura coesiva nella resina con una particolare conformazione a rete tra le tracce delle fibre di ordito (orientate secondo la direzione di avanzamento del difetto, meno scavate ed evidenti) e le fibre di trama perpendicolari ad esse e coperte di resina

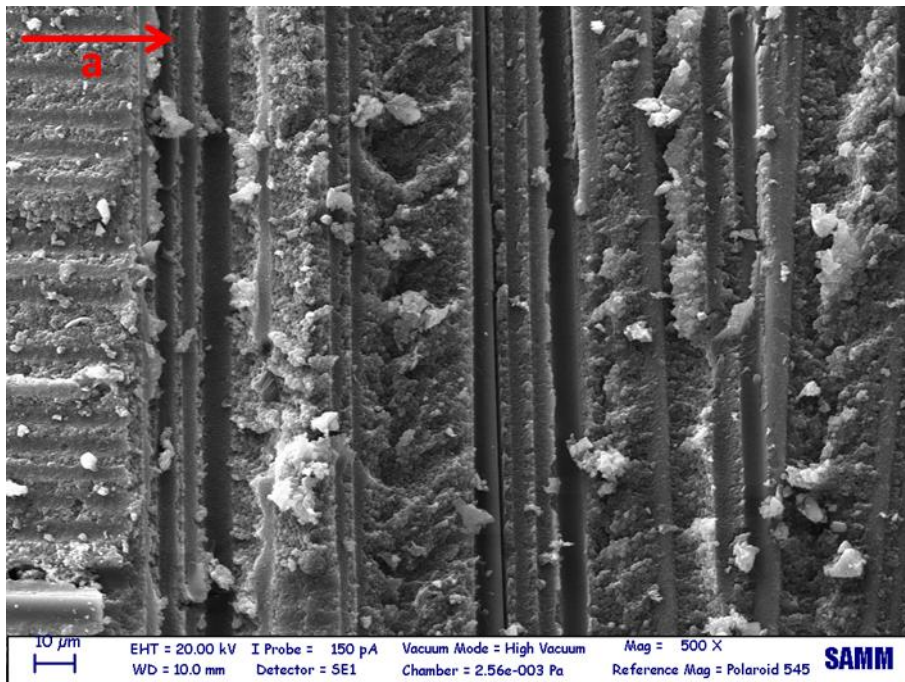


Figura IV.29. 5HS_914; modo I; -60°C; 500x; fasci di trama: tracce di fibre scollate e cuspidi di resina

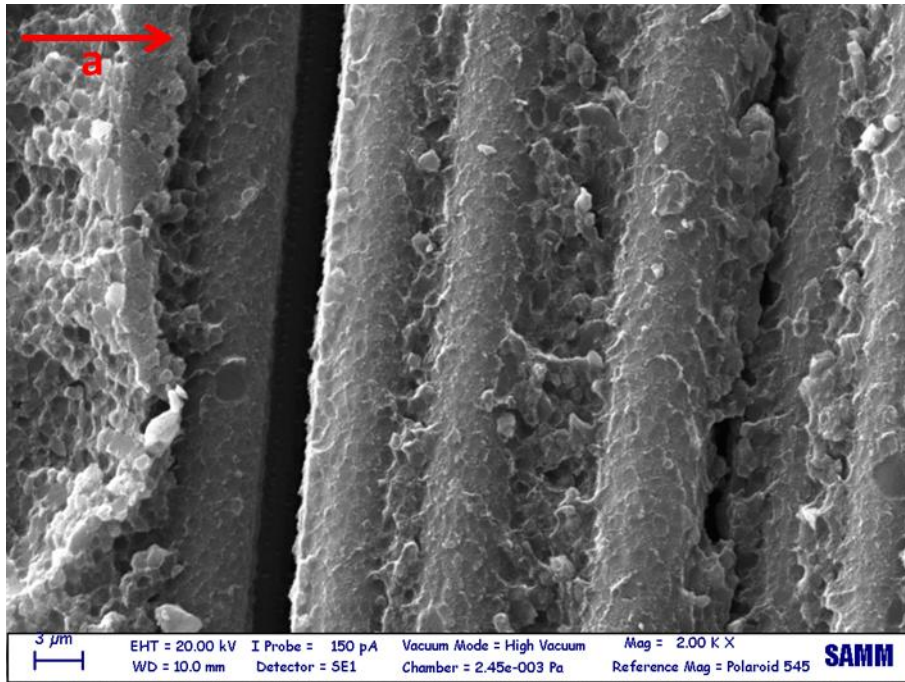


Figura IV.30. 5HS_914; modo I; -60°C; 2500x; resina con sfloccatura delle particelle di gomma e frammenti isolati; fibre ricoperte

Capitolo V - Verifica della riproducibilità del processo produttivo e calcolo degli ammissibili

Nel capitolo I.4 - è stata introdotta l'analisi statistica volta a verificare la riproducibilità del processo produttivo dei materiali, investigando differenze significative tra i diversi lotti di materiale.

Nelle tabelle riassuntive dei risultati dei test sui pannelli dello stesso batch, lo statistico W , riferito alla normalità della distribuzione, è confrontato con il valore di riferimento W_R ; i dati sono considerati distribuiti normalmente se $W > W_R$. Lo statistico F è riferito al confronto tra le medie (o tra le varianze) di due o più popolazioni; $P(F)$ è la probabilità che questo valore sia maggiore del valore di riferimento calcolato (F_R , con $n-k$ e $k-1$ gradi di libertà e indice di affidabilità $\alpha=0.05$). Se $P < \alpha$ allora le differenze tra le medie (o le varianze) sono significative. Lo stesso ragionamento si applica al confronto tra i diversi lotti di produzione dei materiali.

I risultati dei test statistici effettuati sul materiale 5HS_8552 testato in modo I confermano che i dati siano normalmente distribuiti e che non ci siano differenze significative né tra i pannelli degli stessi batch (*Tabella V.1*) né tra i diversi batch (*Tabella V.2, Figura V.1*) di produzione.

5HS_8552	W	W _R	F	P(F>F _R)
BATCH1	0.979	0.962	2.809	0.132
BATCH2	0.954	0.715	3.967	0.082

Tabella V.1. 5HS_8552, B1 e B2; modo I; risultati del test sulla normalità della distribuzione dei dati, W e W_R; risultati del test sulle differenze tra i pannelli dei diversi batch, F e P

5HS_8552	F	P(F>F _R)
CONFRONTO MEDIE	2.596	0.125
CONFRONTO VARIANZE	0.795	0.384

Tabella V.2. 5HS_8552; modo I; risultati dei test sulle differenze tra i batch, F e P

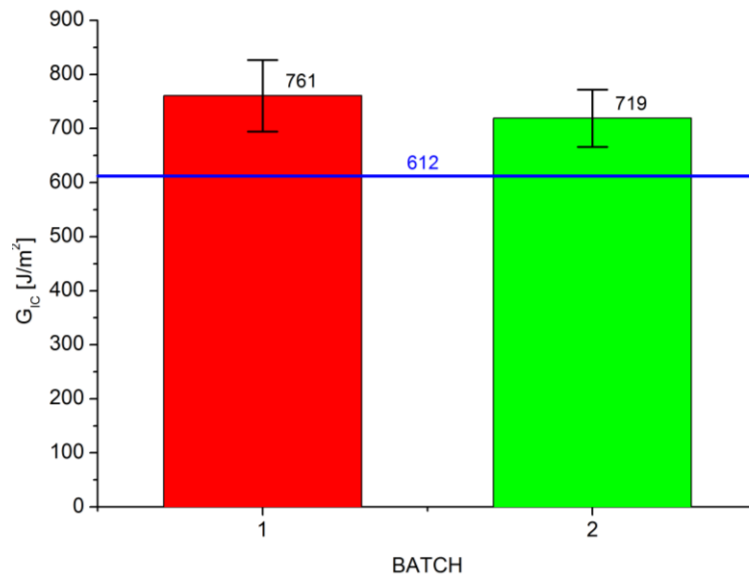


Figura V.1. 5HS_8552, modo I; confronto statistico tra i batch di materiale e calcolo dell'ammissibile (linea orizzontale)

Per quanto riguarda lo stesso materiale testato in modo II, dai risultati sperimentali riassunti in Tabella III.5, si notano dispersioni maggiori dei valori di G_{IIC} . Tuttavia i dati risultano comunque distribuiti normalmente e le differenze sia tra i pannelli degli stessi batch (Tabella V.3) sia tra i batch (Tabella V.4) non sono significative. Le medie dei lotti di produzione sono ravvicinate e le deviazioni standard risultano centrate tra loro (Figura V.2).

5HS_8552	W	W _R	F	P(F>F _R)
BATCH1	0.867	0.092	0.200	0.667
BATCH2	0.960	0.796	0.026	0.876

Tabella V.3. 5HS_8552, B1 e B2; modo II; risultati del test sulla normalità della distribuzione dei dati, W e W_R; risultati del test sulle differenze tra i pannelli dei diversi batch, F e P

5HS_8552	F	P(F>F _R)
CONFRONTO MEDIE	1.520	0.234
CONFRONTO VARIANZE	0.328	0.574

Tabella V.4. 5HS_8552; modo II; risultati dei test sulle differenze tra i batch, F e P

In entrambi i modi di sollecitazione, i valori di tenacità misurati possono essere considerati appartenenti alla stessa popolazione. L'ammissibile della proprietà è stato calcolato con il metodo standard (equazione I.4.8), ricavando media e deviazione standard classiche (Tabella V.5, Tabella V.6) e con il fattore limite di tolleranza ricercato per la numerosità corrispondente. k_b per n=20 (numero di campioni testati per quel materiale) vale 1.972. In pratica si toglie alla media globale dei risultati una quantità pari circa a due volte la deviazione standard. Gli ammissibili calcolati per G_{IC} e G_{IIC} sono riportati in Figura V.1 e Figura V.2 (linee orizzontali).

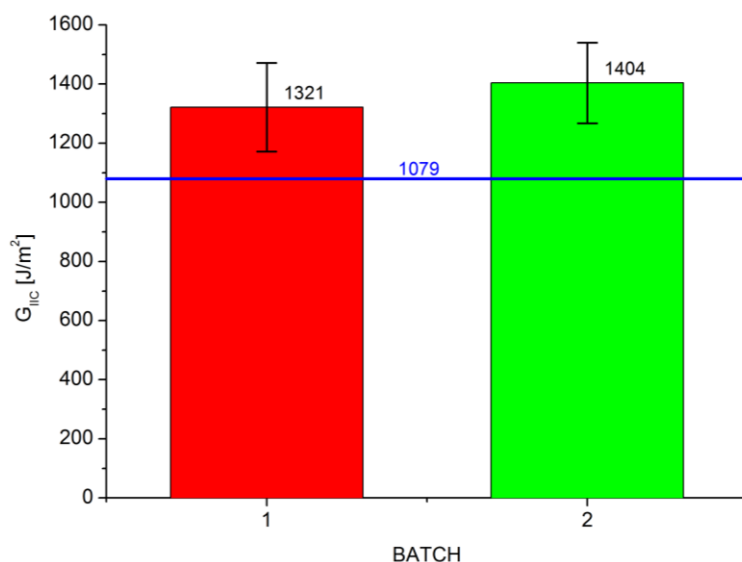


Figura V.2. 5HS_8552, modo II; confronto statistico tra i diversi batch di materiale e calcolo dell'ammissibile (linea orizzontale)

Nessun test ha fornito valori bassi come l'ammissibile, che "taglia" le medie delle proprietà del materiale G_{IC} e G_{IIC} di circa il 20%. I valori medi confrontati con l'ammissibile sono riassunti in *Tabella V.5* per il modo I, e in *Tabella V.6* per il modo II.

BATCH	G_{IC} (J/m ²)	Dev.std. (J/m ²)
1	761	66
2	719	53
MEDIA (1+2)	737	62
AMMISSIBILE	612	

Tabella V.5. 5HS_8552, modo I, valori di G_{IC} confrontati con l'ammissibile calcolato

BATCH	G_{IIC} (J/m ²)	Dev.std. (J/m ²)
1	1321	150
2	1404	136
MEDIA (1+2)	1360	147
AMMISSIBILE	1079	

Tabella V.6. 5HS_8552, modo II; valori di G_{IIC} confrontati con l'ammissibile calcolato

L'analisi statistica ha evidenziato delle anomalie nel materiale 8HS_8552. I dati sperimentali di tutti i batch sono distribuiti normalmente e le differenze tra i pannelli dei diversi batch non sono significative (Tabella V.7). Il confronto tra le medie dei diversi lotti (Figura V.3, Tabella V.9) porta ad un valore di $P < 0.05$ (Tabella V.8, in rosso). Vi sono differenze significative tra i lotti e in particolare è il batch 3 che ha una media significativamente più bassa degli altri due lotti, i cui dati possono invece essere considerati parte della stessa popolazione essendo le varianze omogenee.

8HS_8552	W	W _R	F	P(F>F _R)
BATCH1	0.975	0.931	0.381	0.554
BATCH2	0.960	0.789	3.202	0.111
BATCH3	0.940	0.554	0.448	0.522

Tabella V.7. 8HS_8552, B1 B2 B3; modo I; risultati del test sulla normalità della distribuzione dei dati, W e W_R; risultati del test sulle differenze tra i pannelli dei diversi batch, F e P

8HS_8552	F	P(F>F _R)
CONFRONTO MEDIE	17.377	1.41*10 ⁻⁵
CONFRONTO VARIANZE	0.558	0.579

Tabella V.8. 8HS_8552; modo I; risultati dei test sulle differenze tra i batch, F e P

Dal momento che la differenza tra B1 e B2 con B3 è significativa e il test sul loro confronto ha dato esito negativo (Tabella V.8), l'ammissibile è stato calcolato stimando la diversa deviazione standard, S, e il fattore limite di tolleranza, T, che valgono $S = 50 \text{ J/m}^2$ e $T = 4.95$. L'ammissibile per G_{IC} di questo materiale è $V_B = 496 \text{ J/m}^2$. In questo caso il "taglio" della proprietà è di un terzo del suo valore medio.

Utilizzando invece la procedura tecnica di Airbus (12), che fa riferimento al k_b del caso standard e al coefficiente di variazione C_V (contenuto poiché le dispersioni dei batch sono piccole e intorno allo stesso valore, Tabella V.9), si ricava un ammissibile più alto: $V_{B, \text{Airbus}} = 603 \text{ J/m}^2$. I due ammissibili calcolati sono evidenziati in Figura V.3 (linea orizzontale blu per l'ammissibile conservativo e linea orizzontale azzurra per l'ammissibile da metodo Airbus).

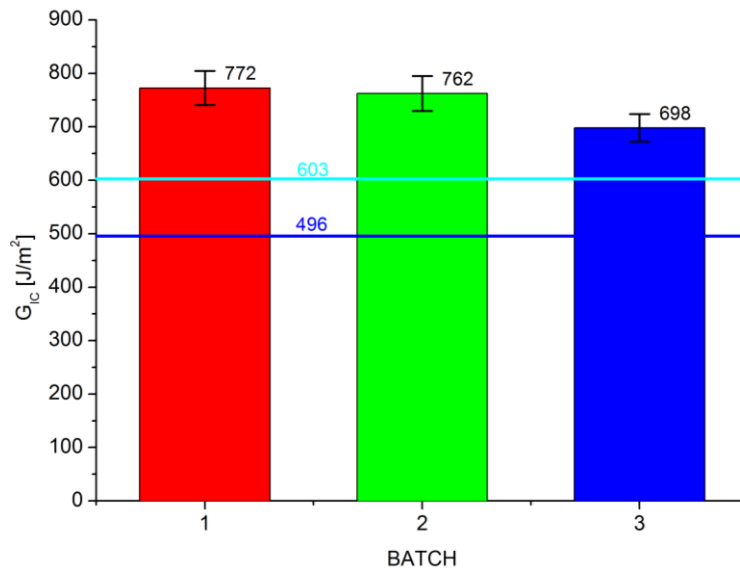


Figura V.3. 8HS_8552, modo I; confronto statistico tra i diversi batch di materiale e calcolo dell'ammissibile (metodo alternativo: linea orizzontale blu; metodo Airbus: linea orizzontale azzurra)

BATCH	G_{IC} (J/m ²)	Dev.std. (J/m ²)
1	772	32
2	762	33
3	698	26
MEDIA (1+2+3)	741	44
AMMISSIBILE	496	
AMMISSIBILE Airbus	603	

Tabella V.9. 8HS_8552, modo I, valori di G_{IC} confrontati con gli ammissibili calcolati

In modo II i dati elaborati hanno sempre una distribuzione normale; i batch 1 e 2 hanno pannelli non significativamente differenti, al contrario del terzo lotto (Tabella V.10). Emergono dunque differenze significative sia tra le medie che tra le varianze (Tabella V.11, Figura V.4). Il terzo batch si rivela ancora una volta anomalo.

8HS_8552	W	W _R	F	P(F>F _R)
BATCH1	0.868	0.095	0.750	0.412
BATCH2	0.928	0.427	0.517	0.493
BATCH3	0.976	0.939	19.390	0.002

Tabella V.10. 8HS_8552, B1 B2 B3; modo II; risultati del test sulla normalità della distribuzione dei dati, W e W_R; risultati del test sulle differenze tra i pannelli dei diversi batch, F e P

8HS_8552	F	P(F>F _R)
CONFRONTO MEDIE	7.162	0.003
CONFRONTO VARIANZE	3.895	0.033

Tabella V.11. 8HS_8552; modo II; risultati dei test sulle differenze tra i batch, F e P

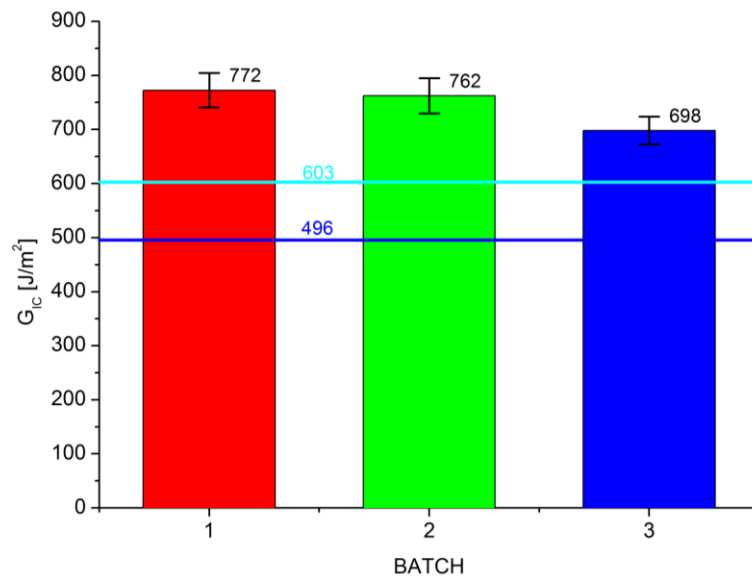


Figura V.4. 8HS_8552, modo II; confronto statistico tra i diversi batch e calcolo dell'ammissibile (metodo alternativo: linea orizzontale blu; metodo Airbus: linea orizzontale azzurra)

Date le differenze significative tra i dati dei batch che non permettono di considerarli tutti facenti parte della stessa popolazione, sono stati stimati anche per il modo II i due parametri statistici, $S=105 \text{ J/m}^2$ e $T=4$ per il calcolo dell'ammissibile conservativo. È stato calcolato anche l'ammissibile secondo il metodo Airbus che risulta maggiore di circa 140 J/m^2 per gli stessi motivi del caso del modo I. I dati sono riassunti in *Tabella V.12* e confrontati in *Figura V.4*.

BATCH	G_{IC} (J/m ²)	Dev.std. (J/m ²)
1	1165	77
2	1157	47
3	1040	112
MEDIA (1+2+3)	1121	99
AMMISSIBILE	738	
AMMISSIBILE Airbus	879	

Tabella V.12. 8HS_8552, modo II; valori di G_{IC} confrontati con gli ammissibili calcolati

Per il materiale 5HS_914 ci si è limitati a valutare eventuali differenze tra i due pannelli dell'unico batch a disposizione. I dati delle prove sono stati elaborati e i test statistici (*Tabella V.13*) hanno indicato differenze significative tra i pannelli per il modo I, mentre per il modo II il comportamento del materiale è lo stesso. I risultati sono mostrati in *Figura V.4*.

5HS_914	F	P(F>F _R)
B1_PANNELLI (MODO I)	10.795	0.011
B1_PANNELLI (MODO II)	0.541	0.483

Tabella V.13. 5HS_914; modo I e II; risultati dei test sulle differenze tra i pannelli, F e P

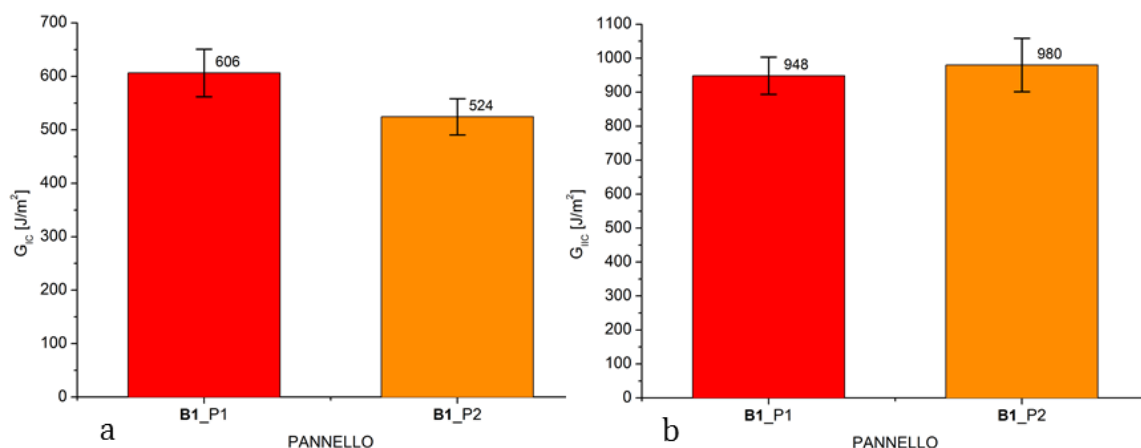


Figura V.5. 5HS_914, confronto statistico tra i pannelli in modo I (a) e modo II (b)

Confrontando in *Figura V.6* i due materiali con resina ad alta tenacità, l'ammissibile del materiale 5HS_8552 è superiore a quello del materiale 8HS_8552 (sia in modo I che in modo II). Il confronto è indicativo a causa del fatto che si basa su un numero diverso di batch a disposizione (due per il materiale 5HS_8552 e tre per il materiale 8HS_8552).

L'ammissibile del materiale ad alta tenacità con tessuto raso *passo 8* è risultato penalizzato dal lotto di produzione con qualità inferiore. Un'indagine approfondita sulle cause dell'anomalia può chiarire se sia stata causata da una variazione della composizione chimica della resina, da errori durante il ciclo di reticolazione dei pannelli, da errori durante il condizionamento post-cura del batch, da errori durante l'estrazione dei provini dai pannelli ...

In fase di progettazione, avendo a disposizione i numeri degli ammissibili dei due materiali, si è quindi spinti a optare per il materiale 5HS_8552.

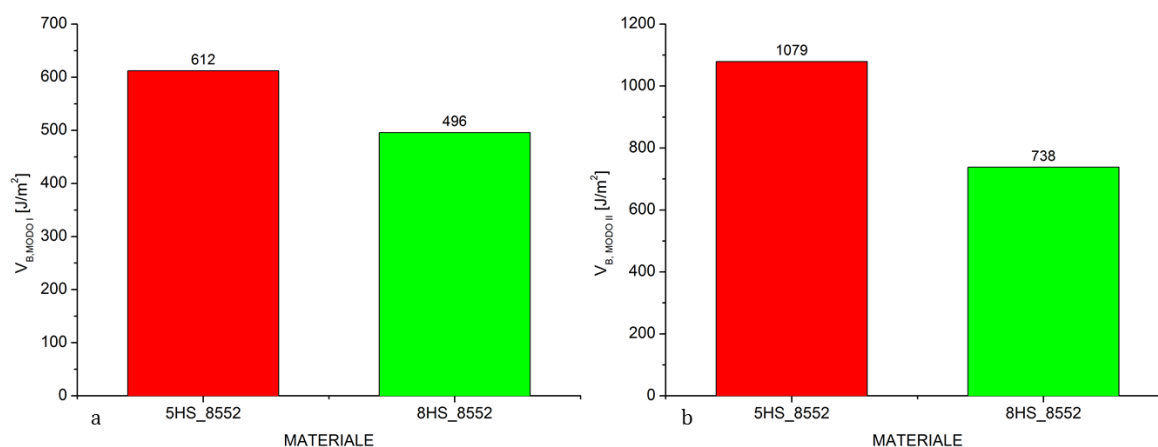


Figura V.6. Confronto tra ammissibili dei materiali 5HS_8552 e 8HS_8552 in modo I (a) e modo II (b)

Capitolo VI - Conclusioni

La frattura interlaminare di materiali compositi con matrice di resina epossidica tenacizzata con gomma e rinforzo di fibre di carbonio tessute è stata caratterizzata con prove di delaminazione in modo I e modo II.

È stato osservato che il particolare rinforzo con fibre intessute modifica il comportamento di questi materiali rispetto a quello osservato per i compositi unidirezionali.

In modo I in particolare, è stata osservata una propagazione discontinua a tratti (*stick-slip*, *paragrafo II.4 -*). Sono stati inoltre osservati meccanismi di danneggiamento complessi come la formazione e la successiva rottura di ponti di fasci di fibre (*tow bridging*), la formazione di cricche secondarie (e la loro successiva coalescenza con il fronte principale) e la deviazione della delaminazione dal piano originario. I compositi esaminati hanno presentato valori di tenacità quasi doppi rispetto a compositi unidirezionali prodotti con la stessa resina e le stesse fibre (43). L'incremento della tenacità rispetto alla pura resina, in accordo coi risultati di altri lavori (35; 40), si è rivelato maggiore nel caso del materiale con resina a media tenacità (5HS_914) rispetto ai materiali con resina ad alta tenacità (5HS_8552, 8HS_8552).

In virtù dello *stick-slip* non è possibile determinare delle vere curve R, ma le curve ΔG vs Δa determinate sono piatte, come atteso, in quanto rappresentative di una sequenza di inneschi pressoché equivalenti.

L'indice di tessitura non influenza il valore della tenacità misurata (la tenacità del materiale 5HS_8552 e del materiale 8HS_8552 è la stessa), ma modifica i meccanismi di cedimento. Si è notato che il composito con raso *passo 8* ha una maggior tendenza al fenomeno del *tow bridging* e la cricca avanza seguendo sempre l'ondulazione del tessuto, mentre nel composito con raso *passo 5* la cricca propaga più rettilineamente ed il fenomeno prevalente è la formazione di una cricca secondaria vicina al fronte principale con il quale si unisce nella propagazione successiva. Con il tessuto 8HS i meccanismi sembrano dunque più omogenei ed un raffronto lo si ha osservando la dispersione dei dati sperimentali che risulta essere la metà di quella del materiale con tessuto 5HS.

Dall'analisi frattografica dei provini fratturati in modo I è emerso che con entrambi i tessuti, le superfici di frattura dei compositi ad alta tenacità, dove la frattura attraversa la trama, presentano *hackles*, caratteristica tipica del modo II negli unidirezionali. Benché si sia lontani dall'aver capito quale meccanismo generi queste strutture, la loro presenza suggerisce o che, a

causa della complessa microstruttura, le condizioni di sollecitazione locali siano molto diverse da quelle globali o che esistano altri meccanismi di formazione per gli *hackles* oltre a quelli già noti.

In modo II invece, le tenacità dei due materiali con la resina 8552 sono differenti per cui è plausibile che l'influenza sui meccanismi di cedimento indotta dal tessuto sia più accentuata: il guadagno in tenacità del materiale 5HS_8552 rispetto al modo I è circa il doppio di quello del materiale 8HS_8552. Si potrebbe avere una conferma dell'ipotesi che in modo II il tessuto abbia un ruolo più importante nel definire la resistenza alla delaminazione se si avesse a disposizione un composito con la resina a media tenacità rinforzato però con un tessuto raso *passo 8*. In questo modo si potrebbero confrontare i risultati per tentare di separare il contributo della resina e quello del tessuto nell'incremento di tenacità in modo II rispetto al modo I.

In modo II alcuni provini, contrariamente a quanto previsto nella trattazione teorica (*paragrafo II.3.2.2 -*), hanno mostrato una propagazione stabile del difetto; le curve R ottenute da queste prove hanno un andamento fortemente crescente. La discrepanza tra la predizione teorica e l'osservazione sperimentale si può spiegare proprio in virtù di tale curva R fortemente crescente, che aumenta la stabilità del sistema. Le curve R ottenute non raggiungono un valore asintotico corrispondente a propagazione stazionaria poiché, date le dimensioni dei provini, alle lunghezze di cricca più lunghe si entra nel campo di compressione indotto dal pin centrale, per cui non è stato possibile misurarle oltre un avanzamento di 20 mm. Provini con una lunghezza maggiore consentirebbero di giungere anche al valore asintotico della resistenza del materiale.

Dalle prove svolte a diversa temperatura si è concluso che ad una temperatura inferiore alla T_g della gomma usata come tenacizzante i valori di G_{IC} dei tre materiali sono simili. L'effetto tenacizzante è molto limitato, come mostrato anche dalla limitata deformazione plastica della resina osservata dalle immagini al SEM. La tenacizzazione ottenuta con il metodo dell'IPN appare più efficace di quella ottenuta con particelle di gomma all'aumentare della temperatura: già a 23°C la differenza tra le due è dell'ordine del 20%. Infine dalle prove a 200°C è emerso un cambiamento radicale nel comportamento dei compositi: la curva di carico è più regolare e il fenomeno dello *stick-slip* è praticamente assente. La resina subisce maggior deformazione, dissipando un'energia maggiore rispetto a 160°C. Le superfici di frattura presentano zone di resina con un'elevata deformazione plastica orientata nella direzione di propagazione della cricca.

Dal momento che la tenacità dipende da molteplici fattori si è pensato di cercare una correlazione tra la struttura del rinforzo e i meccanismi di frattura. In particolare si è cercato di legare l'entità degli avanzamenti rapidi della cricca alla differenza di tenacità tra l'innescò e l'arresto di ogni singola propagazione instabile. La complessità dei meccanismi di cedimento e la loro variabilità di accadimento non ha permesso di trovare una relazione chiara tra le due grandezze, ma si è evidenziato un trend comune per i due materiali ad alta tenacità: elevati valori di Δa corrispondono a maggiori valori di ΔG . Le diverse zone di comportamento in funzione dell'ampiezza delle propagazioni mettono in luce le differenze introdotte dal tipo di tessuto: per il raso *passo 8* è molto più probabile il verificarsi del fenomeno del *tow bridging* ed un avanzamento del difetto su diversi piani di delaminazione seguendo l'ondulazione del tessuto; per il raso *passo 5* l'avanzamento è più regolare e il *tow bridging* è quasi sempre sostituito dalla formazione di una cricca secondaria e dalla sua coalescenza con il fronte principale di delaminazione.

Per poter trasferire i risultati delle prove a strutture reali di dimensioni più grandi, sarebbe necessario studiare l'effetto della larghezza B dei provini da laboratorio. In letteratura infatti i fenomeni osservati sono attribuiti ad effetti di bordo dovuti alla limitata larghezza dei provini rispetto ai componenti reali. Ad esempio, durante l'osservazione dei provini al SEM è stato rintracciato un fascio di trama interessato dal *tow bridging* ed è stata osservata la sua estensione. Posto che questa sia sempre nell'ordine di qualche millimetro, il contributo di questo meccanismo sulla tenacità interlaminare sarebbe ben diverso se la sua estensione venisse rapportata ad una piastra di un'ala o di una carlinga di aeromobile anziché alla larghezza di un provino DCB.

L'analisi statistica svolta sui risultati della campagna di prove di delaminazione in modo I e II a temperatura ambiente ha portato alla conclusione che il processo produttivo è abbastanza controllato, nonostante un lotto del materiale 8HS_8552 abbia proprietà significativamente differenti dagli altri batch di produzione. Tuttavia essendo la dispersione dei dati del lotto fallato confrontabile con le altre si presuppone che l'anomalia non derivi dal ciclo di reticolazione e laminazione del composito ma da difetti nella produzione dei preimpregnati o nella conservazione del materiale dopo la produzione.

Bibliografia

1. **K.Schulte, W.W.Stinchcomb.** Damage mechanisms, including edge effects, in carbon fiber-reinforced composite materials. *Application of fracture mechanics to composite materials*. s.l. : K. Friedrich, Elsevier, 1989, 8, p. 273.
2. **G.Marom.** Environmental effects on fracture mechanical properties of polymer composites. *Application of fracture mechanics to composite materials*. s.l. : K. Friedrich, Elsevier, 1989, 10, p. 397.
3. **M.Ruby.** *A Review of the Epoxy Resin Toughening*. 2003.
4. **R.Frassine.** *Tecnologie e proprietà dei materiali compositi*. 2008.
5. **J.G.Williams.** Fracture mechanics of anisotropic materials. *Application of fracture mechanics to composite materials*. s.l. : K. Friedrich, Elsevier, 1989, 1, p. 3.
6. **C.H.Wang.** *Introduction to fracture mechanics*. s.l.: DSTO Aeronautical and Maritime Research Laboratory, Australia, 1996.
7. **J.G.Williams.** *Fracture Mechanics of Polymers*. s.l. : Ellis Horwood Limited, 1984.
8. **Y.Shindo, T.Takeda, F.Narita.** Delamination growth mechanisms in woven glass fiber reinforced polymer composite. *Composites Science and Technology*. 2009, 69, p. 1904 - 1911.
9. **K.Friedrich.** Fractographic analysis of polymer composites. *Application of fracture mechanics to composite materials*. s.l. : K. Friedrich, Elsevier, 1989, 11, p. 425.
10. **U.S.Department of Defense.** Composite materials handbook MIL-HDBK-17-2002. 2002, Vol. I, 8, p. 465.
11. **U.S.Department of Transport.** *Material qualification and equivalency for polymer matrix composite material systems DOT/FAA/AR-00/47*. s.l.: U.S. National Technical Information Service, 2001.
12. **Airbus.** Composite statistical method to determine B-basis value from small data sets. 2004.
13. **S.S.Shapiro, M.B.Wilk.** An analysis of variance test for normality. *Biometrika*. 1965, Vol. 52, 3/4, p. 591 - 611.

14. **HexCel.** *HexPly 914 epoxy matrix, scheda tecnica.*
15. —. *HexPly 8552 epoxy matrix, scheda tecnica.*
16. —. *HexForce, AGP370-8H woven reinforce, scheda tecnica.*
17. —. *HexForce AGP280-5H woven reinforce, scheda tecnica.*
18. **ASTM D5528.** *Standard test method for mode I interlaminar fracture toughness of unidirectional fiber reinforced polymer matrix composites.* 2007.
19. **ISO 15024.** *Determination of mode I interlaminar fracture toughness for unidirectionally reinforced materials.* 2001.
20. **JIS 7086.** *Testing method for interlaminar fracture toughness of carbon fiber reinforced plastics.* 1993.
21. **European Structural Integrity Society, ESIS.** *Protocol for interlaminar fracture testing.* 1993.
22. **P.Davies, M.L.Benzeggagh.** *Interlaminar mode I fracture testing. Application of fracture mechanics to composite materials.* s.l. : K. Friedrich, Elsevier, 1989, 3, p. 81.
23. **A.J.Russell.** *Micromechanics of interlaminar fracture and fatigue. Polymer composites.* 1987, Vol. 8, 5, p. 342 - 351.
24. **B.R.K.Blackman, A.J.Brunner, J.G.Williams.** *Mode II fracture testing of composites: a new look at an old problem. Engineering fracture mechanics.* 2006, 73, p. 2443 - 2455.
25. **B.R.K.Blackman, P.Davies, A.J.Brunner.** *Standard test methods for delamination resistance of composite materials: current status. Applied composite materials.* 1998, 5, p. 345 - 364.
26. **B.Davidson.** *ASTM, Determination of the mode II interlaminar fracture toughness of unidirectional fiber reinforced polymer matrix composites using end-notched flexure (ENF) test.* 2010.
27. **L.A.Carlsson, J.W.Gillespie.** *Mode II interlaminar fracture of composites. Application of fracture mechanics to composite materials.* s.l. : K.Friedrich, Elsevier, 1989, 4, p. 113.

28. **D.S.Matsumoto, M.A.Vallance, S.K.Gifford.** A new curvature-driven delamination test for measuring the mode II toughness of composites. *Polymer composites*. 1996, 2, p. 171 - 179.
29. **European Structural Integrity Society.** *TC4 Protocol: The determination of the mode II fracture resistance, GIIC, of unidirectional fibre-composites using the calibrated end loaded split (C-ELS) test and an effective crack length approach.* 2009.
30. **S.P.Timoshenko, J.N.Goodier.** *Theory of elasticity.* s.l. : McGraw Hill, 1970.
31. **A.B.de Morais, M.F.S.F.de Moura.** Evaluation of initiation criteria used in interlaminar fracture tests. *Engineering fracture mechanics*. 2006, 73, p. 2264 - 2276.
32. **A.J.Kinloch, R.J.Young.** *Fracture behaviour of polymers.* s.l. : Applied Science Publishers LTD, 1983. p. 229.
33. **K.B.Broberg.** *Cracks and fracture.* s.l. : Academic Press, 1999, 9, p. 654.
34. **N.Alif, A.Carlsson, L.Boogh.** The effect of weave pattern and crack propagation direction on mode I delamination resistance of woven glass and carbon composites. *Composites Part B*. s.l. : Elsevier Science Limited, 1998, Vol. 29B, p. 603 - 611.
35. **W.L.Bradley.** Relationship of matrix toughness to interlaminar fracture toughness. *Application of fracture mechanics to composite materials.* s.l. : K. Friedrich, Elsevier, 1989, 5, p. 159.
36. **M.Kotaki, H.Hamada.** Effect of interfacial properties and weave structure of mode I interlaminar fracture behaviour of glass satin woven fabric composite. *Composites part A*. s.l. : Elsevier Science Limited, 1997, Vol. 28A, p. 257 - 266.
37. **S.Shin, J.Jang.** Fractographical analysis on the mode II delamination in woven carbon fiber reinforced epoxy composites. *Journal of materials science*. 1999, 34, p. 5299 - 5306.
38. **E.Marano.** *Resistenza a delaminazione di compositi strutturali per impieghi aerospaziali al variare della temperatura e del tipo di sollecitazione.* s.l. : Tesi di laurea specialistica in Ingegneria dei Materiali, Politecnico di Milano, 2010.
39. **J.Kim, M.Shioya, H.Kobayashi, J.Kaneko, M.Kido.** Mechanical properties of woven laminates and felt composites using carbon fibers. Part 2: interlaminar properties. *Composites science and technology*. 2004, 64, p. 2231 - 2238.

40. **N.S.Choi, A.J.Kinloch, J.G.Williams.** Delamination fracture of multidirectional carbon-fiber/epoxy composites under mode I, mode II and mixed mode I/II loading. *Journal of composite materials.* 1999, Vol. 33, 1, p. 73 - 100.
41. **J.Schon.** Coefficient of friction and wear of a carbon fiber epoxy matrix composite. *Wear.* 2004, 257, p. 395 - 407.
42. **W.D.Bascom, S.Y.Gweon.** Fractography and failure mechanisms of carbon fiber-reinforced composite materials. *Fractography and failure mechanisms of polymer and composites.* s.l.: A.C.Roulin-Moloney, Elsevier Applied Science, 1989, 9, p. 351.
43. **A.Arguelles, J.Vina, J.Bonhomme, A.Fernandez-Canteli.** Influence of the matrix constituent on mode I and mode II delamination toughness in fiber-reinforced polymer composites under cyclic fatigue. *Mechanics of materials.* 2011, 43, p. 62-67.