

VERBETERDE IMPACTWEERSTAND VAN VEZELVERSTERKTE COMPOSITIETEN D.M.V. ELEKTROGESPONNEN NANOVEZELS

**Cas De Coninck,
Elias De Ketelaere,
Helena Loobuyck,
Lars Maebe,
Leander Van
Speybroeck**

ABSTRACT

Vezelversterkte composieten combineren een laag gewicht met zeer goede mechanische eigenschappen en kennen zo vele toepassingen in sectoren waarbij gewichtsbesparing cruciaal is, zoals de luchtvaart-, de ruimtevaart-, de windturbine- of de automobielsector. Typisch komen deze composieten als een gelaagd materiaal: de vezelversterking wordt ingebracht door het stapelen van verschillende lagen, waarna ze geïnfuseerd worden met een kunststofmatrix. Ondanks de vele voordelen hebben deze composietlaminaten een groot nadeel omdat de verschillende lagen kunnen loskomen van elkaar, i.e. delaminaties. Dit maakt composieten vooral kwetsbaar voor impact, bv. door steenslag, hagelimpact of contact met werktuigen tijdens onderhoud. In deze studie wordt onderzocht of de impactweerstand van composieten kan verbeterd worden door het inbrengen van taaie nanovezels tussen de vezelversterkingslagen. Er worden 3 verschillende koolstofcomposieten gemaakt; een orthotroop laminaat, een quasi-isotroop laminaat en een laminaat gemaakt uit geweven koolstofvezels. Van elke soort worden steeds samples met en zonder nanovezels bereid. Vervolgens worden de mechanische eigenschappen van een dergelijk composiet met of zonder tussenliggende laag nanovezels bepaald en vergeleken. Hiervoor wordt het composiet onderworpen aan een impacttest, C-scan en een buig- en afschuiftest. Uit deze mechanische beproevingen blijkt dat de mechanische eigenschappen van het composiet niet afnemen bij inbreng van nanovezels in tegenstelling tot andere technieken. Het orthotrope laminaat blijkt het beste resultaat te geven op het gebied van de verbetering van de impactweerstand.

Keywords

Koolstofvezels, nanovezels, taaigheid, impactweerstand, delaminatie

INTRODUCTIE

Er wordt steeds meer beroep gedaan op lichtgewicht materialen zoals de vezelversterkte kunststoffen. Typisch komen deze laminaten als een gelaagd materiaal: de vezelversterking wordt ingebracht door het stapelen van verschillende lagen, waarna ze geïnfuseerd worden met een kunststofmatrix (een epoxyhars). Deze laminaten kunnen gebruikt worden in bijvoorbeeld de auto-industrie of in de lucht- en ruimtevaart toepassingen waar ze voor enorme energiebesparingen zorgen dankzij hun lage gewicht en goede mechanische eigenschappen [1]. Hoewel er vele voordelen zijn, is de impactweerstand van deze materialen nog steeds een zwak punt. Het hars dat de verschillende vezellagen aan elkaar hecht is relatief bros, daardoor zal een scheur rap propageren in deze brosse tussenlaag met als gevolg het loskomen van de verschillende vezellagen (delaminatie).

In de literatuur zijn verschillende vertaaiingsmethodes terug te vinden die dit probleem proberen op te lossen [2], [3], [4]. Dit is niet altijd met succes. Een relatief nieuwe methode die de delaminatieweerstand van composietlaminaten kan verbeteren is het inbrengen van elektrogesponnen nanovezelmembranen [5]. De nanovezels worden tussen de versterkingslagen aangebracht en zorgen ervoor dat de vezellagen bij elkaar blijven zoals een soort "nanovelcro" en dus de delaminatieweerstand verbetert. Momenteel is er weinig onderzoek gedaan naar het effect van nanovezelmembranen op de impactweerstand van composietlaminaten [6], [7].

Dit verslag onderzoekt hoe de impactweerstand van verschillende koolstofvezelversterkte composietlaminaten die gebruikt worden in de industrie verandert door het inbrengen van elektrogesponnen nanovezels in de tussenlagen. Van elke soort wordt een laminaat met nanovezels en een laminaat zonder nanovezels gemaakt om zo de eigenschappen te vergelijken. Er wordt niet enkel gekeken naar de impactweerstand, maar ook de interlaminaire afschuifsterkte, de buigstijfheid/sterkte en de

residuele sterkte na impact worden bepaald. De resultaten worden verder verklaard aan de hand van een microscopische analyse van de samples waarbij er wordt gekeken naar de scheurmechanismen in de verschillende laminaten.

MATERIALEN

Composietlaminaten werden gemaakt met enerzijds unidirectionele koolstofvezelmatten voor het orthotrope en het quasi-isotrope laminaat en anderzijds geweven koolstofvezelmatten. Als matrixmateriaal werd een epoxyhars gebruikt. De gebruikte matrix bestaat uit een monomeer van bisfenol A met ethoxygroepen (EPIKOTE RIMR 135, Momentive) en een curing agent (EPIKURE RIMH 137, Momentive). De nanovezels werden geproduceerd d.m.v. elektrospinnen uit een oplossing van een polyamide-12 copolymeer (PEBA72, Arkema).

PRODUCTIEPROCES

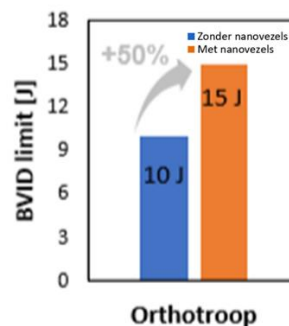
De laminaten werden gemaakt via harsinfusie. Hierbij worden de koolstofvezels (en nanovezels) in de oriëntaties overeenkomstig met de desbetreffende lay-up gestapeld. Vervolgens wordt het geheel onder vacuüm gebracht, waarna langs één zijde de epoxyhars wordt ingebracht, die door het aangebrachte vacuüm doorheen de stapeling wordt gezogen. Na de infusie wordt het geheel bij hogere temperatuur uitgehard (5h bij 80°C). Het effect van interlaminaire nanovezels wordt getest op de drie industrieel meest gebruikte soorten laminaten: een orthotroop laminaat ($[0^{\circ}/90^{\circ}]_{2s}$), een quasi-isotroop laminaat ($[0^{\circ}/+45^{\circ}/-90^{\circ}/-45^{\circ}]_s$) en een laminaat gemaakt uit geweven koolstofvezels ($[(0^{\circ},90^{\circ})]_8$). Van elk van de 6 types laminaten werden minimaal 12 representatieve samples gemaakt die elk aan alle proeven werden onderworpen. De vezelvolumefracties van de bekomen laminaten ligt tussen 45% en 50% en is gelijkwaardig voor laminaten met en zonder nanovezels.

RESULTATEN EN DISCUSSIE

Impactweerstand van nanovezelvertaaid laminaten

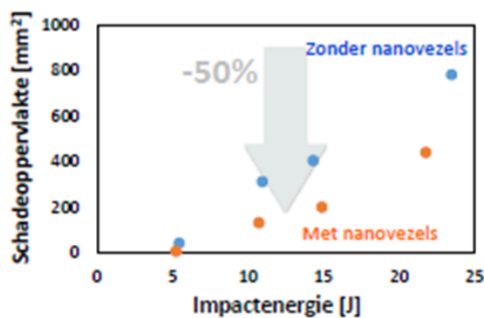
De impactweerstand wordt bepaald door een hemisferische impactor met welbepaalde massa te laten vallen vanop een zekere hoogte op stalen van 150 x 100 mm² [8]. Deze test wordt uitgevoerd bij vier verschillende impactenergieën, namelijk 5, 10, 15 en 20 J. Na de impacttest worden de diepte van de indeuking, de inwendige schadeoppervlakte (d.m.v. ultrasoonscanning) en de residuele compressiesterkte bepaald om zo de impactweerstand te onderzoeken [9]. Bijkomend werden doorsnedes van de stalen onderzocht met microscopie om de inwendige schade beter te begrijpen. Door de combinatie van deze methoden wordt een goed beeld verkregen voor zowel de uitwendige als de inwendige schade door impact, die dan vergeleken wordt voor laminaten met en zonder nanovezels.

De barely visible impact damage (BVID) kan gedefinieerd worden als een indeuking van maximaal 0,3 mm die veroorzaakt wordt door een bepaalde hoeveelheid energie. De BVID is een belangrijke graadmeter gebruikt in de industrie. Een hogere BVID limiet wijst op een hogere energie nodig voor een indeuking van 0,3 mm te verkrijgen en bijgevolg een impactbestendiger materiaal. Er is een hogere energie nodig voor het nanovezelversterkte laminaat ten opzichte van het referentielaminaat om de BVID te bereiken, tot wel 50% voor het orthotrope laminaat (Figuur 1). De nanovezels nemen dus extra energie op en vertaaien het laminaat.



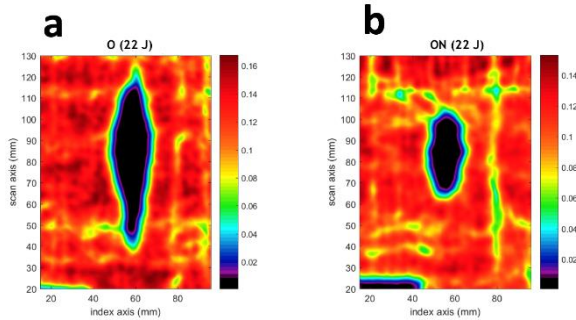
Figuur 1: weergave van de barely visible impact damage (BVID) limiet voor composiet zonder nanovezels en met nanovezels.

De ultrasoonscanning toont de inwendige schade na impact. De schadeoppervlakte voor de laminaten zonder nanovezels is groter dan bij de laminaten met nanovezels, wat wijst op een hogere impactweerstand dankzij de nanovezels. Dit is te zien in Figuur 2 voor het orthotroop laminaat. Het effect van de nanovezels is gelijkwaardig voor alle drie de stapelingen.



Figuur 2: weergave van de inwendige schadeoppervlakte na impacttest van het orthotroop laminaat in functie van de impactenergie.

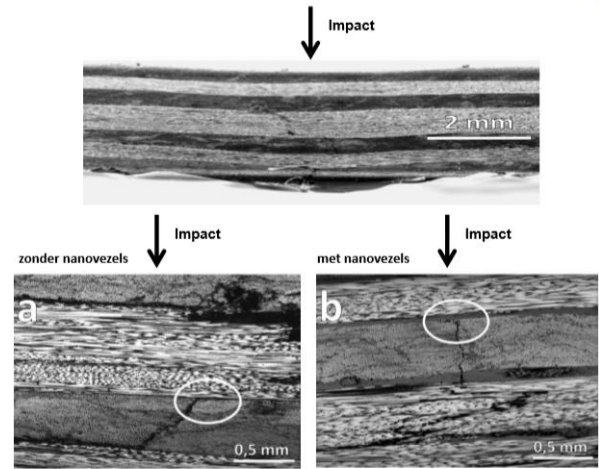
Voor elk laminaat met nanovezels wordt ongeveer een halvering van het schadeoppervlak (zwarte zone op Figuur 3) gemeten in vergelijking met het laminaat zonder nanovezels. Bovendien wijzigt ook de vorm van het schadegebied. Zo zal een laminaat met nanovezels een minder uitgestrekt schadeoppervlak hebben waardoor de schade niet propageert naar de randen van het sample. Dit leidt tot een geconcentreerder schadegebied. Een voorbeeld van het schadeoppervlak van het orthotrope laminaat, verkregen via de ultrasoonscanning, wordt weergegeven in Figuur 3.



Figuur 3: weergave van de ultrasoonscanning van orthotrope laminaten beschadigd met dezelfde impactenergie. (a) geeft een beschadigd gebied weer van een orthotroop laminaat. (b) toont een kleiner beschadigd gebied van een orthotroop laminaat met nanovezels.

Microscopie

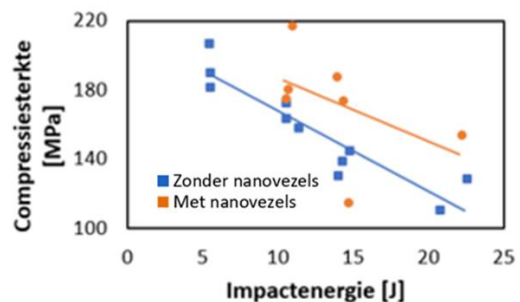
Het microscopisch beeld in Figuur 4 van de doorsnede van een sample levert informatie over het gewijzigde schademechanisme door inbreng van nanovezels. Op vele plaatsen is te zien dat een delaminatie optreedt en groeit tot tegen een interlaminaire laag nanovezels waar de scheur tot stilstand komt. Dit zou erop wijzen dat de nanovezels de boven- en ondergelegen koolstofvezellagen samenhoudt en zo een verdere scheurgroei vertraagt en eventueel voorkomt.



Figuur 4: microscopisch beeld van de doorsnede van een sample zonder nanovezels en met nanovezels, waarbij de scheur door de nanovezels wordt tegengehouden.

Residuele compressiesterkte

De residuele compressiesterkte na impact geeft aan hoeveel last het composiet nog kan dragen eenmaal het beschadigd is. Het is dus een belangrijke maatstaf voor materialen in structurele componenten zoals in bv. vliegtuigen. Hiervoor worden de samples, die reeds getest werden bij de impacttest, ingeklemd en wordt een drukspanning aangebracht in de vezelrichting totdat het composiet volledig doormidden gebroken is. Hierbij wordt waargenomen dat bij de weefsels en quasi-isotrope laminaten de residuele compressiesterkte hoger is met nanovezels. Bij de orthotrope laminaten blijft deze sterkte gelijkaardig. De resultaten van de wefsellaminaten zijn te zien in Figuur 5.



Figuur 5: weergave van de compressiesterkte i.f.v. de verschillende impactenergieën voor het wefsellaminaat.

Statische testen

Naast het effect op de impactweerstand is het ook uitermate belangrijk dat de kwaliteit van het composiet niet al te veel achteruitgaat zoals gebeurt bij traditionele vertaaiingstechnieken. Om deze kwaliteit te kwantificeren worden de laminaten getest met buigproeven en testen op interlaminaire afschuiving (ILSS).

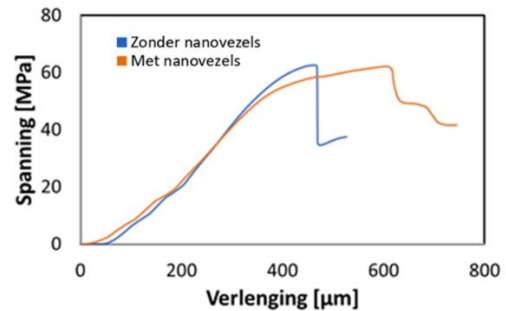
Bij deze testen worden rechthoekige samples ingeklemd tussen twee steunpunten en belast in een driepuntsbuiging. In het midden van de sample wordt een kracht uitgeoefend door een neerwaarts bewegend belastingspunt. Dit totdat het sample breekt of verzwakt door afschuiving. Hieruit kunnen sterktes en moduli worden bekomen.

Buigtesten

De gemiddelde buigsterkte en buigmodulus van de orthotrope referentielaminaten bedragen respectievelijk 681 ± 65 MPa en 60 ± 11 GPa. Voor de orthotrope laminaten met nanovezels bedraagt de gemiddelde buigsterkte en buigmodulus respectievelijk 764 ± 58 MPa en 64 ± 7 GPa. De laminaten met nanovezels scoren hier dus iets beter dan deze zonder. De andere lay-ups vertonen slechts geringe verschillen in het buiggedrag. De resultaten zijn ook hier nog steeds beter of gelijklopend. Dit was dan ook het hoofddoel van deze test, om aan te tonen dat de kwaliteit van de laminaten zeker niet achteruitgaat bij het inbrengen van de taaie nanovezels.

Interlaminaire afschuifsterkte (ILSS)

De interlaminaire afschuifsterkte beschrijft hoe de vlakken van het laminaat onderling reageren op schuifspanningen. Deze waarde wordt vaak gebruikt om de weerstand van het materiaal tegen delaminatie te bepalen. Het is daardoor ook gelinkt met de manier waarop delaminaties kunnen voorkomen onder impactbelasting. De interlaminaire afschuifsterkte van de orthotrope samples zonder en met nanovezels bedragen respectievelijk 62 ± 1 MPa en 63 ± 2 MPa. Echter is er een zeer duidelijk verschil op te merken in het delaminatiegedrag zelf. De oppervlakte onder de curves, een maat voor de taaigheid van het materiaal, is groter voor samples met nanovezels (Figuur 6). Dit geeft dus aan dat de nanovezels meer energie opnemen en zorgen voor een verhoogde taaigheid door de verhoogde delaminatieweerstand.



Figuur 6: spanning-verlengingcurves van de ILSS-testen voor de orthotrope laminaten (a) het laminaat met nanovezels vertoont een verbetering in taaigheid door het grotere oppervlak onder de curve (= energie opgenomen tijdens het delamineren).

De andere lay-ups vertonen gelijkaardige resultaten. Bijgevolg toont ook deze test aan dat de kwaliteit van de laminaten niet negatief beïnvloed wordt door de taaie nanovezels, integendeel ze zorgen zelf voor een verbetering.

CONCLUSIE

Samenvattend kan gezegd worden dat door inbreng van nanovezels een verbeterde impactweerstand bekomen wordt. Dit kan vooral gezien worden in de gemeten indeukdiepten en BVID-limieten in combinatie met de resultaten van de ultrasoonscan na het uitvoeren van de impacttest. Daarenboven is er geen verminderde kwaliteit van de laminaten door inbreng van de nanovezels, waardoor deze laag nanovezels economisch gezien zeker toekomstperspectieven biedt voor verdere toepassingen. Het inbrengen van nanovezelmembranen is dus een efficiënte manier om de impactweerstand van composieten te verbeteren.

ROL VAN DE STUDENT

Dit verslag kadert binnen het Vakoverschrijdend Project in de derde bachelor in de ingenieurswetenschappen Chemische Technologie en Materiaalkunde aan de Universiteit van Gent. Het onderwerp is gekozen door promotor prof. dr. ir. Karen De Clerck. Het onderzoek werd begeleid door dr. ir. Lode Daelemans. Het uitvoeren van de experimenten, verwerken van de resultaten en verkrijgen van dergelijke conclusies werd op een evenwichtige manier verdeeld tussen de studenten.

REFERENCES

- [1] P.K. Mallick, *Fiber-Reinforced Composites: Materials, Manufacturing, and Design*, vol. 19. 2007.
- [2] T. K. O'Brien and R. Krueger, "Influence of compression and shear on the strength of composite laminates with Z-pinned reinforcement," *Appl. Compos. Mater.*, vol. 13, no. 3, pp. 173–189, 2006.
- [3] N. Sela, O. Ishai, and L. Banks-Sills, "The effect of adhesive thickness on interlaminar fracture toughness of interleaved cfrp specimens," *Composites*, vol. 20, no. 3, pp. 257–264, 1989.
- [4] A. C. Garg and Y. W. Mai, "Failure mechanisms in toughened epoxy resins-A review," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 31, no. 3, pp. 179–223, 1988.
- [5] L. Daelemans, K. De Clerck, and W. Van Paepegem, "Interlaminar toughening of composite laminates by electrospun nanofibrous interleaves," 2017.
- [6] L. Daelemans *et al.*, "Electrospun nanofibrous interleaves for improved low velocity impact resistance of glass fibre reinforced composite laminates," *Mater. Des.*, 2018.
- [7] J. Zhang, T. Lin, and X. Wang, "Electrospun nanofibre toughened carbon/epoxy composites: Effects of polyetherketone cardo (PEK-C) nanofibre diameter and interlayer thickness," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 70, no. 11, pp. 1660–1666, 2010.
- [8] D. Sensors, "Standard Test Method for Measuring the Damage Resistance of a Fiber-Reinforced Polymer Matrix Composite to a Drop-Weight Impact Event 1," vol. i, 2005.
- [9] A. D7137/D7137M-12, "Standard Test Method for Compressive Residual Strength Properties of Damaged Polymer Matrix Composite Plates," *ASTM Int.*, vol. i, pp. 1–17, 2012.