

Karakterisering van afschuifstroming in PET-GMT

Citation for published version (APA):

Corbeij, R. M. (1990). *Karakterisering van afschuifstroming in PET-GMT*. (DCT rapporten; Vol. 1990.020). Technische Universiteit Eindhoven.

Document status and date:

Gepubliceerd: 01/01/1990

Document Version:

Uitgevers PDF, ook bekend als Version of Record

Please check the document version of this publication:

- A submitted manuscript is the version of the article upon submission and before peer-review. There can be important differences between the submitted version and the official published version of record. People interested in the research are advised to contact the author for the final version of the publication, or visit the DOI to the publisher's website.
- The final author version and the galley proof are versions of the publication after peer review.
- The final published version features the final layout of the paper including the volume, issue and page numbers.

[Link to publication](#)

General rights

Copyright and moral rights for the publications made accessible in the public portal are retained by the authors and/or other copyright owners and it is a condition of accessing publications that users recognise and abide by the legal requirements associated with these rights.

- Users may download and print one copy of any publication from the public portal for the purpose of private study or research.
- You may not further distribute the material or use it for any profit-making activity or commercial gain
- You may freely distribute the URL identifying the publication in the public portal.

If the publication is distributed under the terms of Article 25fa of the Dutch Copyright Act, indicated by the "Taverne" license above, please follow below link for the End User Agreement:

www.tue.nl/taverne

Take down policy

If you believe that this document breaches copyright please contact us at:

openaccess@tue.nl

providing details and we will investigate your claim.

Verslag interne stage ;
werkgroep vloeipersen

" Karakterisering van afschuif-
stroming in PET-GMT."

faculteit der Werktuigbouwkunde
vakgroep
fundamentele werktuigkunde

WFW 90.020

Rene' Corbey Ident.nr.222819

mei '90

Samenvatting :

In het kader van de werkgroep "vloei-persen" zijn ten behoeve van de karakterisering van polyethyleentereftalaat met lange glasvezels, afschuifexperimenten verricht op een Rheometrics Dynamic Spectrometer.

Dit verslag bevat de resultaten van metingen boven het smeltpunt van PET.

Het materiaal blijkt zich onder de verschillende belastingsomstandigheden (frequentie, rekamplitude) zeer niet-lineair visco-elastisch te gedragen.

Deze niet-lineariteiten kunnen echter voor een groot gedeelte worden ondervangen door gebruik te maken van een Maxwell interpretatie van de data.

Inhoudsopgave :

* Symbolenlijst	blz.1
* Inleiding glasmatversterkte thermoplast	2
* Dynamisch gedrag van visco-elastische vloeistoffen	5
* Gegevens testmateriaal	6
* Probleemstelling	7
* Beschrijving experimenten	8
* Resultaten	11
* Conclusie	20
* Literatuur	21
* Bijlage	22

Symbolenlijst :

GMT	glasmatversterkte thermoplast
SMC	sheet moulding compound
ETA	viscositeit
ETA*	complexe viscositeit
G'	opslagmodulus
G''	verliesmodulus
τ	afschuiving
δ	verlieshoek
w	hoekfrequentie
σ	spanning

Inleiding glasmatversterkte thermoplast

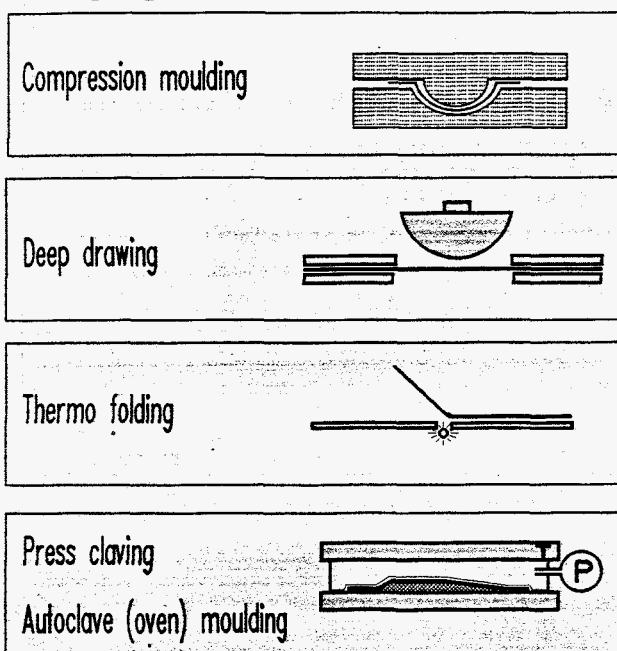
Bij vezelversterkte thermoplasten moet men denken aan continue of korte vezels, unidirectioneel of willekeurig in een thermoplastische matrix ingebed.

Deze matrix kan bijvoorbeeld zijn ; polyetheretherketon (PEEK), polyethersulfon (PES), polyetherimide (PEI), polysulfon (PSU), polyfenileensulfide (PPS), of polyethyleentereftalaat (PET). Het specifieke voordeel van deze vezelversterkte thermoplast is dat het als plaatmateriaal door de leverancier kan worden vervaardigd en dan als halffabrikaat verwerkt.

We spreken dan van GMT, glasmatversterkte thermoplast. Over het algemeen gaat het over een glasmat met random vezeloriëntatie van 20 tot 40 % op gewichtsbasis.

Op deze manier is de chemie teruggebracht naar de halffabrikaat leverancier en is de technologie voor dunne metaalplaat, met de nodige aanpassingen te gebruiken voor dit zogenaamde "Organoblech".

Mogelijke bewerkingen zijn ; compression moulding, deep drawing, thermo folding, thermo claving.



Bij het thermofolding wordt een smalle strook materiaal verwarmd en daarna gevouwen.

Vervormingen zijn hierbij zeer lokaal. Bij andere bewerkingen wordt de ligging van de vezels in grotere mate beïnvloed. Toepassingen van op deze wijze vervaardigde hoogwaardige composieten zijn te vinden in luchtvaart- (bv. helikopter staartvlak) en automobielinindustrie (bv. wielophanging Mercedes 190).

In het kader van de stage zal ik me beperken tot het bespreken van compression moulding van glasmatversterkte thermoplast. Dit procedé is te vergelijken met het persen van staalplaat en SMC (sheet moulding compound op basis van een thermoharder).

Uit een vlakke plaat worden zeer snel producten geperst waardoor het een ideaal materiaal is voor grootschalige toepassingen.

Verschillen met bovenstaande vormgevingstechnologiën zijn de volgende;

* De GMT wordt in een oven, meestal met behulp van infrarood, voorverwarmd tot boven het smeltpunt; vloeipersen (of tot boven het glaspunt; vormpersen). Dit gebeurt in ongeveer 2 minuten.

* Er is slechts één persstap nodig om een product te maken, in tegenstelling tot staalplaat 3 tot 5 stappen.

* GMT wordt in de matrijs gekoeld in tegenstelling tot SMC dat in de matrijs wordt verwarmd (curing). De pers dient dus enige tijd (ongeveer 30 seconden) gesloten te blijven.

* De cyclustijd komt op deze manier op ongeveer 1 minuut. Dit is langer dan bij staal maar korter dan bij SMC. De druk in de matrijs, berekend op het geprojecteerde oppervlak is in de orde van 8 tot 40 MPa.

Voordelen van vloeipersen van GMT zijn ;

- De grote vormvrijheid
- Mogelijkheid van discontinue wanddikte
- Mogelijkheid van dunne producten
- Meer isotropie, hogere slagsterkte, betere kruipweerstand dan bij vormpersen
 - (Bij vormpersen wordt eerst een ruwe vorm van de GMT uitgestansd gevolgd door omzetten en buigen. Het product heeft een continue wanddikte en de GMT moet ongeveer de dimensies hebben van het eindproduct. Er kan wel met lagere drukken en temperaturen worden volstaan. Er is een meer gelijkmatige verdeling van de glasvezel en er kan ook met weefsel versterkte materialen worden gewerkt. Nadeel is de beperkte vormvrijheid en het afval dat ontstaat bij het uitstansen.)
- Door de thermoplastische matrix is de GMT recyclebaar.

Van belang zijnde variabelen bij het persen van GMT zijn ;

- Pers-sluitingstijd.

De bedoeling is dat de pers met een dusdanige snelheid sluit dat het vloeifront geen lucht insluit.

- Pers-druk.

Te lage druk veroorzaakt porositeit en slechte oppervlakte gesteldheid.

- Wanddikte.

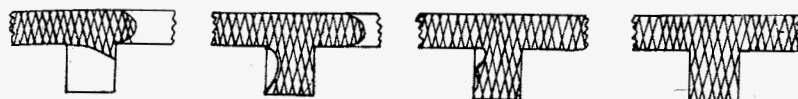
Vanwege het koelen in de matrijs kunnen maximaal wanddikten van 5 mm worden toegepast.

- Hoekafrondingen.

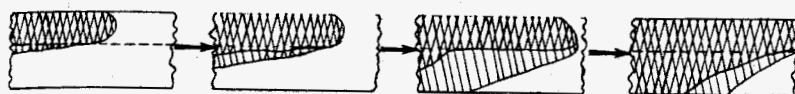
Zowel voor optimalisatie van vloeï als ter vermindering van piekspanningen dient minimaal een afrondingsstraal van 0,1 mm te worden aangehouden.

- Beperkte ribhoogte.

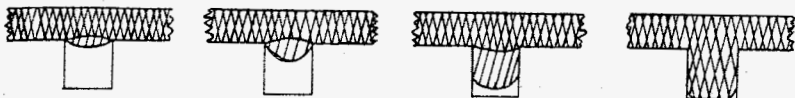
In het algemeen worden ribben tot 3 à 5 maal de wanddikte goed gevuld, bij hogere ribben ontstaan problemen met het glastransport (ontmenging).



FLOW ACROSS OR PERPENDICULAR TO A RIB



FLOW ALONG OR PARALLEL TO A RIB



FLOW INTO A RIB

Several Methods of Filling Ribs During Flow

- Plaat grootte.

Hoe groter de plaat hoe minder de vezels worden georiënteerd aan de randen van het product.

Dynamisch gedrag van visco-elastische vloeistoffen

Met behulp van de plate-plate rheometer is het mogelijk om ETA (viscositeit), G' (opslagmodulus) en G'' (verliesmodulus) te meten als functie van de afschuifsnelheid. Deze grootheden geven informatie over de eigenschappen van het beproefde materiaal, we kunnen er het visco-elastische gedrag mee vastleggen.

Als het materiaal puur visceus zou zijn, dan zou alle vervormings-energie worden opgenomen door inwendige wrijving, G'' zou proportioneel toenemen met de afschuifsnelheid. Het materiaal is echter visco-elastisch dus een gedeelte van de energie wordt opgeslagen in het materiaal. Dit gedeelte van de energie wordt vertegenwoordigd in de opslagmodulus G' . Hoe minder energie wordt opgeslagen hoe groter de relaxatie van het materiaal omdat de interne spanningen worden opgeheven door interne wrijvingen. Met andere woorden $\tan\delta = G''/G'$ (tangus van de fasehoek) is een maat voor de relaxatie capaciteit.

Wanneer wij uitgaan van een sinusvormige afschuiving met amplitude τ_0 $\tau = \tau_0 \sin \omega t$
Dan zijn G' en G'' als volgt gedefinieerd;

$$\sigma(t) = \tau_0 G'(\omega) \sin \omega t + \tau_0 G''(\omega) \cos \omega t$$

of

$$\sigma(t) = \sigma_0 \sin(\omega t + \delta)$$

met $\sigma(t)$ de gemeten spanning en δ het fase verschil tussen afschuiving en spanning.

$$\Rightarrow \sigma(t) = \sigma_0 (\sin \omega t \cos \delta + \cos \omega t \sin \delta)$$

$$\Rightarrow G' = \sigma_0 \cos \delta / \tau_0$$

$$G'' = \sigma_0 \sin \delta / \tau_0 = \text{ETA}' \omega$$

In een simpel model kan dit worden voorgesteld als een veer met modulus $G'(\omega)$ parallel met een demper met viscositeit $\text{ETA}'(\omega)$. Indien G' en ETA' onafhankelijk zijn van de frequentie, is de responsie equivalent aan die van een simpel Voigt-model bestaande uit een "Hookse" veer met modulus G' en een "Newtonse" demper met viscositeit ETA' .

Volgens Weissenberg moet dit concept worden gebruikt voor vaste stoffen. Het Maxwell model is van toepassing voor vloeistoffen als voor $\omega \rightarrow 0$ de gemeten waarden naar constante waarden gaan. Dit is voor de metingen aan deze GMT niet het geval.

We kunnen deze grootheden ook op complexe wijze beschrijven;

$$\tau = \tau_0 e^{i\omega t} \Rightarrow$$

$$\sigma = \sigma_0 e^{i(\omega t + \delta)} \Rightarrow$$

$$\sigma/\tau = \sigma_0/\tau_0 \cos \delta + i \sigma_0/\tau_0 \sin \delta$$

Definieer de complexe modulus als volgt;

$$G^* = \sigma/\tau = G' + iG'' \quad \text{complexe viscositeit;} \quad \text{ETA}^* = G^*/\omega$$

Gegevens testmateriaal

De composiet bestaat uit een thermoplastische polyester matrix met daarin lange glasvezels. Dit glas is vertegenwoordigd met een gewichtspercentage van 30 %. Met een elasticiteitsmodulus van 72 GPa is het glas praktisch niet rekbaar maar door de kleine diameter is het gemakkelijk buigbaar.

De dichtheid van het glas is $\rho_f = \rho_{\text{glas}} = 2540 \text{ [kg/m}^3\text{]}$
De dichtheid van de totale composiet is $\rho_{\text{tot}} = 1600 \text{ [kg/m}^3\text{]}$
Dus de volume fractie vezels = gewichtspercentage * $\rho_{\text{tot}} / \rho_f = 19\%$

De Maron Pierce relatie voorspelt dan;

ETAc Composiet

$$E_{TAmatrix} = [1 - (v_f/v_o)]^{-2} = 1,8$$

met v_f = volume fractie glas

v_o = volume fractie close packed glas = 0,75

Een aantal eigenschappen van de GMT;

	ISO norm	PP-GMT*	PET-GMT	PA-GMT	Eenheid
Glasgehalte	1172	30	30	30	%
Treksterkte	527	60	100	120	MPa
Rek bij breuk	527	—	2	2,5	%
E-modules	527	—	9000	6500	MPa
Charpy impact	179/2D	45	60	70	kJ/m ²
23 °C					
HDT-A	75	140	245	215	° C
Relatieve					
dichtheid	RII83	1,13	1,60	1,37	

* Normwaarden AVK (Arbeitsgemeinschaft Verstärkte Kunststoffe)

De matrix bestaat uit PET (polyetheentereftalaat), met een smeltpunt van 267°C

De viscositeit hiervan als functie van de afschuifsnelheid is uitgezet in graf.3.

Probleemstelling

Stageformulering: karakterisering van de afschuifstroming in GMT.

Doel van de metingen is het karakteriseren van de PET-GMT, in gesmolten fase, die AKZO gebruikt bij vloeipersen. Als basis worden metingen genomen die zijn gedaan door D.J. Groves en waarvan verslag is gedaan in het artikel: "A characterization of shear flow in continuous fibre thermoplastic laminates".

De verkregen resultaten kunnen worden vergeleken met die uit het artikel, met dien verstande dat onze PET-GMT bestaat uit random georiënteerde vezels. Helaas is verdere literatuur op dit gebied zeer schaars.

De bedoeling is om straks met behulp van computerprogrammatuur voorspellingen te doen omtrent bv. aan te brengen druk, perssnelheid tijdens het vloeipersen van de GMT. Dit in afhankelijkheid van het te verwezenlijken product. Vooral het vloeigedrag van de GMT in ribben en het glastransport zijn punten van aandacht.

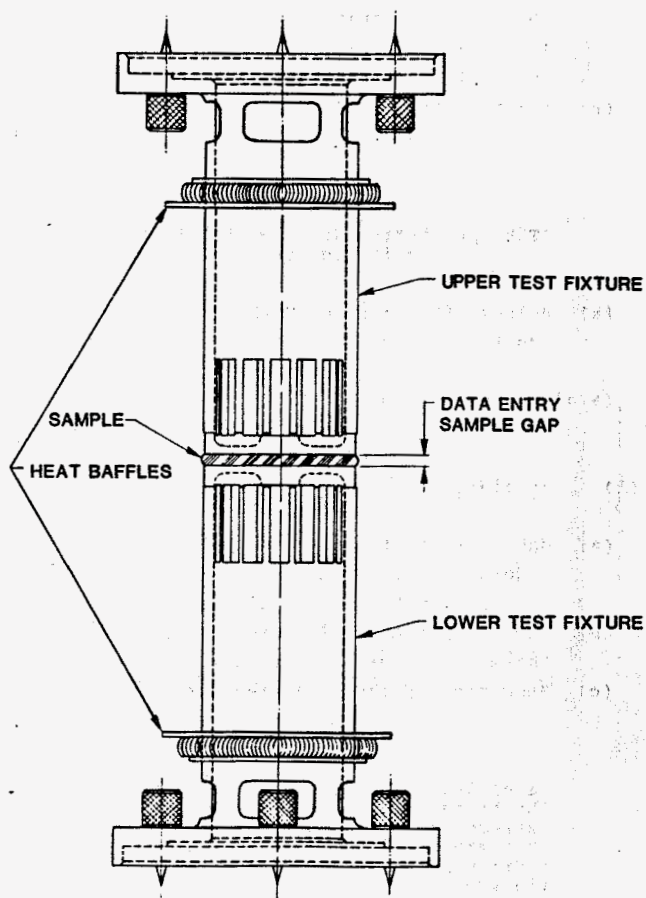
Om hier iets zinnigs over te zeggen is het nodig een aantal smelteigenschappen van de composiet te kennen. Met name het visco-elastische gedrag als functie van de vervormingssnelheid. Het is gebruikelijk en zinvol dit gedrag te omschrijven door middel van het meten van opslag- en verliesmodulus in een afschuifexperiment.

Beschrijving experimenten

De metingen werden verricht op een Rheometrics Dynamic Spectrometer RDS 2 met parallele platen.

De testsample wordt tussen twee plaatjes geklemd en belast met een sinusvormige vervorming in het geval van een dynamische meting. In een steady meting is de vervorming driehoekvormig, lineaire toename gevolgd door lineaire afname van afschuiving.

RMS-800/RDS-II



Parallel Plate Test Fixture

Uitgangsmateriaal is PET met een gewichtspercentage lange glasfibers van 30. Uit het plaatmateriaal, dikte 2 mm, worden blenks met diameter 25 mm gestansd en vervolgens worden de samples gedroogd in een oven.

De blenk wordt tussen de platen van de rheometer gelegd en opgesmolten. Probleem hierbij is/was de temperatuurregeling van de rheometer (PID). Schommelingen in temperatuur bleven soms erg

lang aan, dit garandeerde echter wel dat de matrix overal was gesmolten.

Alle metingen (één uitzondering) werden gedaan in een inerte stikstof omgeving om een goede polymeerstabieliteit te verzekeren.

De verwerkingstemperatuur van de GMT bij vloeipersen is 285°C. De temperatuur bij verwerking zal in het plaatmateriaal echter niet overal deze waarde aannemen doordat verschillen in warmtetransport, dikte van het materiaal etc. optreden. Het is dus zinvol de temperatuur binnen bepaalde grenzen als parameter te beschouwen bij de metingen.

Om een eerste indruk te krijgen van de orde grootte van ETA, G', G'' als functie van rek is een strainsweep (meting waarbij frequentie en temperatuur vastliggen, de rek grootte wordt gevarieerd) uitgevoerd. Aan de hand hiervan is gekozen voor twee rek groottes die in het experiment als parameter dienen.

De aanwezigheid van een plateau waarde voor ETA* is onderzocht door bij de ratesweeps (meting waarbij rek grootte en temperatuur vastliggen, de vervormingsfrequentie wordt gevarieerd) een zo klein mogelijke minimale waarde voor w (hoekfrequentie van de vervorming) te kiezen. In verband met beschikbare tijd is dit $w=10^{-2}$ [1/s]. Een meting met minimale $w=10^{-3}$ [1/s] leverde na meer dan twee uur nog geen meetwaarde op.

Naar aanleiding van bovenstaande overwegingen zijn de volgende metingen gedaan;

- Ratesweep onder stikstof, temperatuur 285°C, strain 2%.
- Ratesweep zonder stikstof, temperatuur 285°C, strain 2%.
- Ratesweep onder stikstof, temperatuur 270°C, strain 2%.
- Ratesweep onder stikstof, temperatuur 285°C, strain 40%.
- Ratesweep onder stikstof, temperatuur 270°C, strain 40%.
- Strainsweep onder stikstof, temperatuur 285°C, rate 1E1 [1/s].
- Steady measurement o.s., temperatuur 285°C.
- Time sweep o.s., temperatuur 285°C, strain 2%, rate 1E1 [1/s].

Verklaring;

- Ratesweep-
Temperatuur en strain constant, rate varieert.
- Strainsweep-
Temperatuur en rate constant, strain varieert.
- Steady measurement-
Meting bij constante temperatuur en strain, afschuifsnelheid varieert.
- Time sweep-
Meting bij constante temperatuur, strain en rate, tijd als variabele.

Het laatst getekende punt gezien t.o.v. de horizontale as in de grafieken moet men buiten beschouwing laten, dit is een fout te wijten aan de software.

Dynamische meting

De sample wordt belast met een sinusvormige afschuiving. Frequentie, temperatuur en afschuifamplitude kunnen worden ingesteld.

Gemeten/berekend worden opslagmodulus G' , verliesmodulus G'' , verlieshoek δ , complexemodulus G^* , complexeviscositeit η^* , dynamische viscositeit η' ($=G''/\omega$).

Steady shear meting

De afschuiving is driehoekvormig, en wordt in twee richtingen gemeten (cw en ccw).

De strain die nodig is om een constant moment te leveren, neemt toe met de afschuifsnelheid, dit levert een maximale afschuifsnelheid op waarbij nog zinvolle metingen mogelijk zijn.

Resultaten

(voor grafieken zie bijlage)

Strainsweep

graf.1

rate 1E1 [1/s]

temp. 285°C

strain 1-80%

We zien dat G' , G'' , en ETA^* bij kleine rekamplitudes eerst sterk dalen, tot $\pm 10\%$.

Hierna treedt een meer geleidelijke daling in en de drie grootheden bereiken bij 40% een min of meer constante eindwaarde. Hierónder is geen sprake van lineair viscoelastisch gedrag.

In de grafiek zijn twee gebieden interessant nl.

het rekgebied van 0 tot 10 % strain

en het rekgebied van 40 to 80 % strain, omdat deze gebieden t.o.v. elkaar een ander materiaalgedrag hebben.

Dit is in overeenstemming met de proeven van D.J.Groves zie bv. "Groves fig.6"

Een amplitude vergroting van 1% naar 10% levert zelfs een grotere verlaging op in de viscositeit dan een verlaging van 10% naar 50%.

Bij lage frequenties en lage amplitudes wordt de rek opgenomen door de vezels, rek in het polymeer relaxeert.

Bij hogere amplitudes gaat het polymeer zich stijver gedragen en neemt de belasting op. Over een groot gedeelte zijn ETA^* , G' , G'' nu rekamplitude onafhankelijk.

Voor de strain sweep is een belastingsrate (frequentie) genomen van 1E1 [1/s] aangezien dit bij compression moulding een gangbare waarde is.

Ratesweep
graf.2
temp. 285°C
strain 2%

Om een globale indruk van de composiet te krijgen is eerst deze ratesweep uitgevoerd.

Er is bij zeer lage belastingsfrequentie gemeten om te onderzoeken of er een plateau voor de viscositeit optreedt. Dit is niet het geval. Er is voor de viscositeit sprake van een "power-law" gedrag, continue dalend op log.-log. schaal.

Bij bovenstaande parameters geldt ongeveer het volgende verband;

$$\text{ETA}^*(\omega) = C (\omega)^{n-1} \quad \text{met orde groottes van: } n=0,4 \quad C=4,8 \cdot 10^3$$

[Pa s²]

Dit "shear thinning" gedrag wordt veroorzaakt door de combinatie van polymeer en vezel; graf.3 toont dat het basis polymeer bij benadering Newtons gedrag vertoont.

Opvallend is de "upswing" die G' en G'' vertonen voor zeer lage frequenties. In het frequentie gebied daarboven nemen G' en G'' evenveel toe, G'' ligt daarbij een fractie hoger dan G' voor hoekfrequenties boven 0,2 [1/s], hier beneden is het omgekeerde het geval.

Kwalitatief zijn de resultaten in overeenstemming met de metingen die Groves heeft verricht. "Groves fig.2" toont deze resultaten, opgemerkt dient te worden dat het hier een meting betreft met waarden voor ω tussen 10^{-1} en 10^3

Ratesweep

graf.4

temp. 285°C

strain 2%

zonder stikstof

Om aan te tonen dat een meting onder stikstof noodzakelijk is, is een meting zonder N² uitgevoerd.

Als we de resultaten vergelijken met dezelfde meting onder stikstof, nemen we waar een daling van G' en ETA*, wat ook te verwachten was. Aangezien de polymeer degradeert is de daling het zichtbaarst bij hogere frequenties, bij lagere frequenties speelt de glasvezel een te grote rol.

Ratesweep

graf.5

temp. 285°C

strain 2% en 40%

Zoals al uit graf.1 bleek levert vergroting van de afschuifamplitude een verlaging op van G'. De waarde voor G' bij rate 10 [1/s] komt overeen met die van de strain meting bij 40% strain. Dat vergroot de betrouwbaarheid van de meting.

Groves metingen, "Groves fig.4", komen overeen met deze. Groves heeft naast de gebruikelijke apparatuur gebruik gemaakt van een oscilloscoop om input- en outputsignalen te bewaken; alleen metingen met goede visuele golfvormen zijn gebruikt in de data. Bij metingen met $\tau_0=0,5$ zijn slechts tot $w=10^2$ resultaten beschikbaar.

We kunnen aannemen dat voor hogere frequenties de verstoringen van de sample te groot zijn en ook in deze metingen boven deze frequentie, kunnen we data niet meer beschouwen.

Visueel gaf de sample echter nog een goede indruk.

Ratesweep

graf.6

temp. 285°C

strain 2% en 40%

Ook deze waarden komen overeen met vroegere metingen.

Het niet-lineaire visco elastische gedrag van de composiet wordt hier duidelijk getoond. De (complexe) viscositeit is duidelijk afhankelijk van de afschuifamplitude.

Hoge frequenties geven bij $\tau_0=40\%$ nog een afwijking in de curve. Groves heeft dit gedrag niet zover bekeken, bij hoge afschuifamplitudes is de maximum waarde voor $w=10$ [rad/s].

Ratesweep

graf.7&8

temp. 270 en 285°C

strain 2%

Verhoging van de temperatuur levert zoals te verwachten een verlaging op van ETA^* en G' .

Het gedrag als functie van de afschuiffrequentie wordt niet beïnvloed.

Steady measurement

graf.9

temp. 285°C

De metingen zijn uitgevoerd tot $\dot{\gamma} = 1$ [1/s], daarboven waren de metingen niet zinvol; de sample werd tussen de platen uitgeslingerd.

Om dit te illustreren is een van de twee metingen voortgezet boven $\dot{\gamma} = 1$ [1/s].

Zoals te zien wordt het verloop van de viscositeit boven dit punt erg grillig

Vergelijken we de steady- met de dynamische metingen (Cox-Merz rule) dan zien we dat dynamische metingen met grote afschuifamplitude de steady waarden het best benaderen. Ook Groves' metingen laten dit zien, zie "groves fig.6".

Ratesweep

graf.10

temp. 270°C

strain 2% en 40%

Vergelijken we deze ratesweep met die bij 285°C (graf.5), dan constateren we hogere waarden voor G' .

De verhoging ligt voor strain 2% én 40% in de orde grootte van 100 [Pa s].

De rest van het verloop is identiek aan dat bij 285°C.

Ratesweep

graf.11

temp. 270°C

strain 2% en 40%

Het gedrag van ETA^* bij 270°C is kwalitatief in overeenstemming met dat bij 285°C.

Strain-verandering geeft hetzelfde resultaat. Deze curves liggen alleen een fractie hoger.

Ratesweep

graf.12

temp. 270°C en 285°C

strain 40%

De verschillen tussen 270 en 285°C zijn groter dan bij de strain 2% meting.

Het verloop van ETA^* als functie van w is identiek.

Timesweep

graf.13 + uitdraai
rate 1E1 [1/s]
temp.285°C
strain 2%

De metingen zijn gedaan gedurende 50 minuten om een indruk te krijgen van de dupliceerbaarheid, met betrekking tot de polymeer-stabiliteit.

Gemiddelde temperatuur= 288,5°C
Standaarddeviatie van de steekproef σ_{n-1} = 1,25

NB. Dit is de temperatuur van de oven! De temperatuurfluctuaties van de plaatjes en de composiet zullen kleiner zijn.

Gemiddelde ETA^* = 1,42E03
 σ_{n-1} = 121,44

Het is zinvoller om in plaats van de standaarddeviatie, de coëfficiënt van variatie te bekijken. Deze is gedefinieerd als ;
c.o.v.= σ_{n-1} /gemiddelde.
In dit geval;

c.o.v.= 9%

De metingen van Groves hadden een c.o.v.< 10%.
Er is dus een hoge mate van dupliceerbaarheid. M.a.w. de polymeer is gedurende het experiment stabiel.

Maxwell viscositeit

graf. 14

temp. 285°C

strain 2% en 40%

De experimenten tot nu toe zijn beschreven door uit te gaan van een opgelegde rek.

Volgens het Maxwell-concept kunnen we echter ook uitgaan van een opgelegde spanning. De spanning loopt in dit geval vóór op de vervorming.

Het model is voor te stellen als een demper en een veer in serie met respectievelijke viscositeit ETA en modulus G.

Deze zijn als volgt gedefinieerd;

$$\sigma(t) = \sigma_0 \sin wt$$

$$\tau(t) = \tau_0 \sin (wt - \delta)$$

$$\dot{\gamma} = \sigma/ETA + \dot{\sigma}/G \quad \Rightarrow$$

$$\begin{aligned} \tau_0 w \cos (wt - \delta) &= (\sigma_0 \sin wt)/ETA + (\sigma_0 w \cos wt)/G \\ &= \tau_0 w \cos wt \cdot \cos \delta - \tau_0 w \sin wt \cdot \sin \delta \\ &\Rightarrow \end{aligned}$$

$$ETA = \sigma_0 / (w \tau_0 \sin \delta) \quad \text{en} \quad G = \sigma_0 / (\tau_0 \cos \delta) \quad .$$

We kunnen nu de Maxwell viscositeit ETA, ook uitdrukken in Voigt-parameters; G' en G''.

$$ETA = \sigma_0 (\sin^2 \delta + \cos^2 \delta) / (w \tau_0 \sin \delta) \Rightarrow$$

$$ETA = \sigma_0 \sin \delta (1 + (\cos \delta / \sin \delta)^2) / w \tau_0$$

$$G' = \sigma_0 \cos \delta / \tau_0$$

$$G'' = \sigma_0 \sin \delta / \tau_0$$

\Rightarrow

$$ETA = G'' / w (1 + (G' / G'')^2)$$

Graf.14 toont dat op deze manier de viscositeit aanzienlijk minder afhankelijk is van de rekamplitude dan in het geval van het Voigt-model.

Door gebruik te maken van de Maxwell-viscositeit ETA en maximale shear rate $\dot{\gamma} = \tau_0 w$, wordt de strain afhankelijkheid grotendeels geëlimineerd. Voor grotere strain amplitudes en hogere frequenties blijkt de dynamische viscositeit méér op de schijnbare Maxwell viscositeit. Steady shear viscositeit en schijnbare Maxwell viscositeit zijn goed in overeenstemming. Ook Groves' metingen tonen dit aan, zie "Groves fig.6".

Graf.15

Als we de Maxwell viscositeit presenteren als functie van de shear stress dan blijkt er een minimale spanning rond $\sigma = 10^2$ [Pa] op te treden.

Volgens Groves is deze yield-spanning te wijten aan de elastische bijdrage van de vezels, zie "Groves fig.8".

Deze spanning treedt op bij lage frequenties en is hier min of meer constant.

Conclusie

Het is moeilijk nauwkeurige metingen te doen aan dit materiaal aangezien de glasvezels aan de rand van de sample niet te verwijderen zijn.

Bij grote amplitudes en hoge frequenties treedt dit probleem in hogere mate op. De resultaten onder deze condities dienen we dan ook wantrouwig te bekijken.

Uit de verrichte metingen blijkt dat de temperatuur van de composiet bóven het smeltpunt slechts een geringe invloed heeft op de eigenschappen.

ETA^* , G' en G'' zijn voor kleine rekamplitudes in grote mate afhankelijk van deze amplitude, boven een bepaalde strain-waarde nadert het materiaal naar lineair visco-elastisch gedrag.

De reksnelheid of frequentie bepaalt het gedrag van de composiet, toename hiervan levert een verlaging op van de viscositeit, zoals was te verwachten.

Bij lage frequenties en lage rekamplitudes relaxeert het basis-polymeer onder belasting, de vezels nemen hier de belasting op.

Voorspellingen van de viscositeit op grond van de Maron-Pierce relatie, zijn niet zinvol aangezien de entanglements van de lange, random georiënteerde vezels niet worden verdisconteerd in deze relatie; de voorspellingen zijn factoren te klein.

De behandeling van de composiet als Maxwell vloeistof levert goede resultaten op.

De rekamplitude afhankelijkheid wordt grotendeels geëlimineerd. De dynamische viscositeit benadert de Maxwell viscositeit beter naarmate de frequentie en rekamplitude toenemen.

De Maxwell viscositeit is goed in overeenstemming met de steady shear viscositeit.

De Maxwell benadering voorspelt een yield spanning t.g.v. de vezels.

Om de oorzaak hiervan diepgaander te onderzoeken kunnen metingen aan verschillende soorten vezels met dezelfde matrix, worden gedaan.

Literatuur

" A characterization of shear flow in continuous fibre thermoplastic laminates."

D.J. Groves

[composites vol.20 number 1 january 1989]

" The melt rheology of continuous fibre reinforced structural composite materials."

F.N.Cogswell D.J.Groves

[Proc 10th Int.Congress Rheol.Sydney, 1988]

" On the dynamic response of viscoelastic fluids."

J.J.Benbow F.N.Cogswell M.M.Cross

[Rheol.Acta 15(1976) p.231]

" Tranverse flow processes in continuous fibre-reinforced thermoplastic composites."

J.A.Banes F.N.Cogswell

[composites vol.20 number 1 january 1989]

" Developments in reinforced plastics 5."

J.B.Cattanach F.N.Cogswell

" Compression molding technology."

Raymond W.Meyer

[Handbook of polyester molding compounds and molding technology]

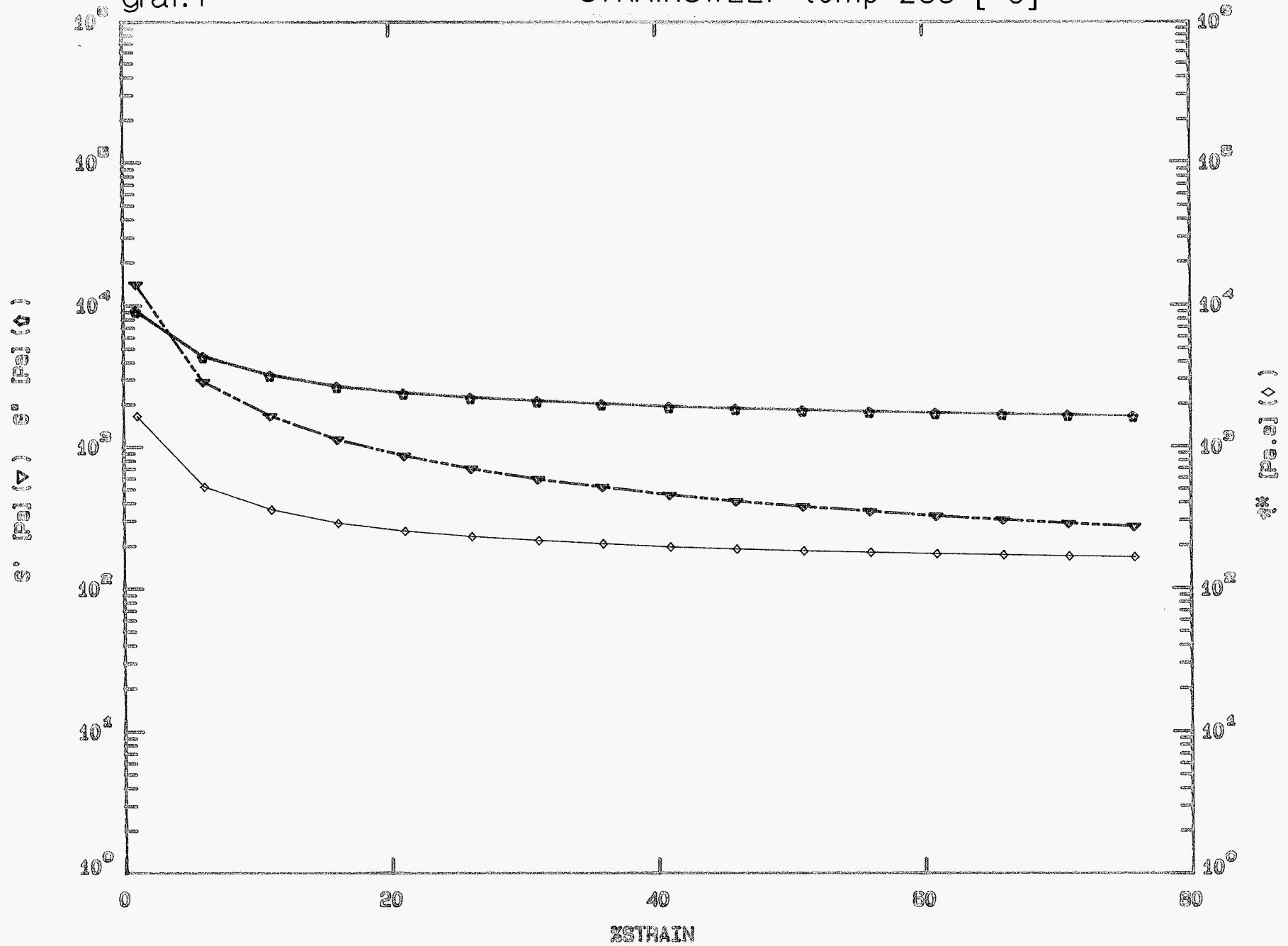
Bijlage

graf. 1-15

Groves fig. 1-8

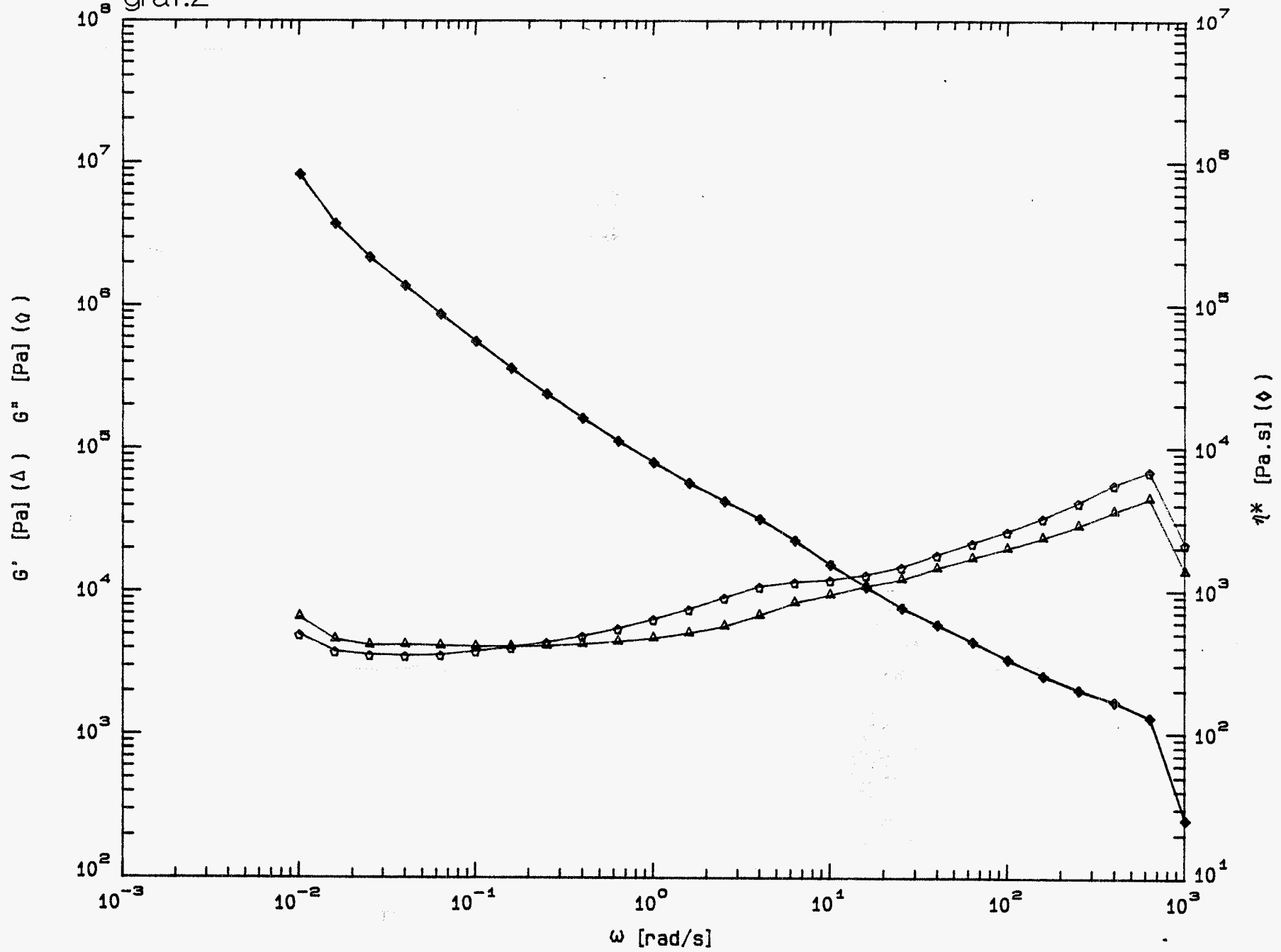
rate 1e1 [1/s]
STRAINSWEEP temp 285 [°C]

graf.1



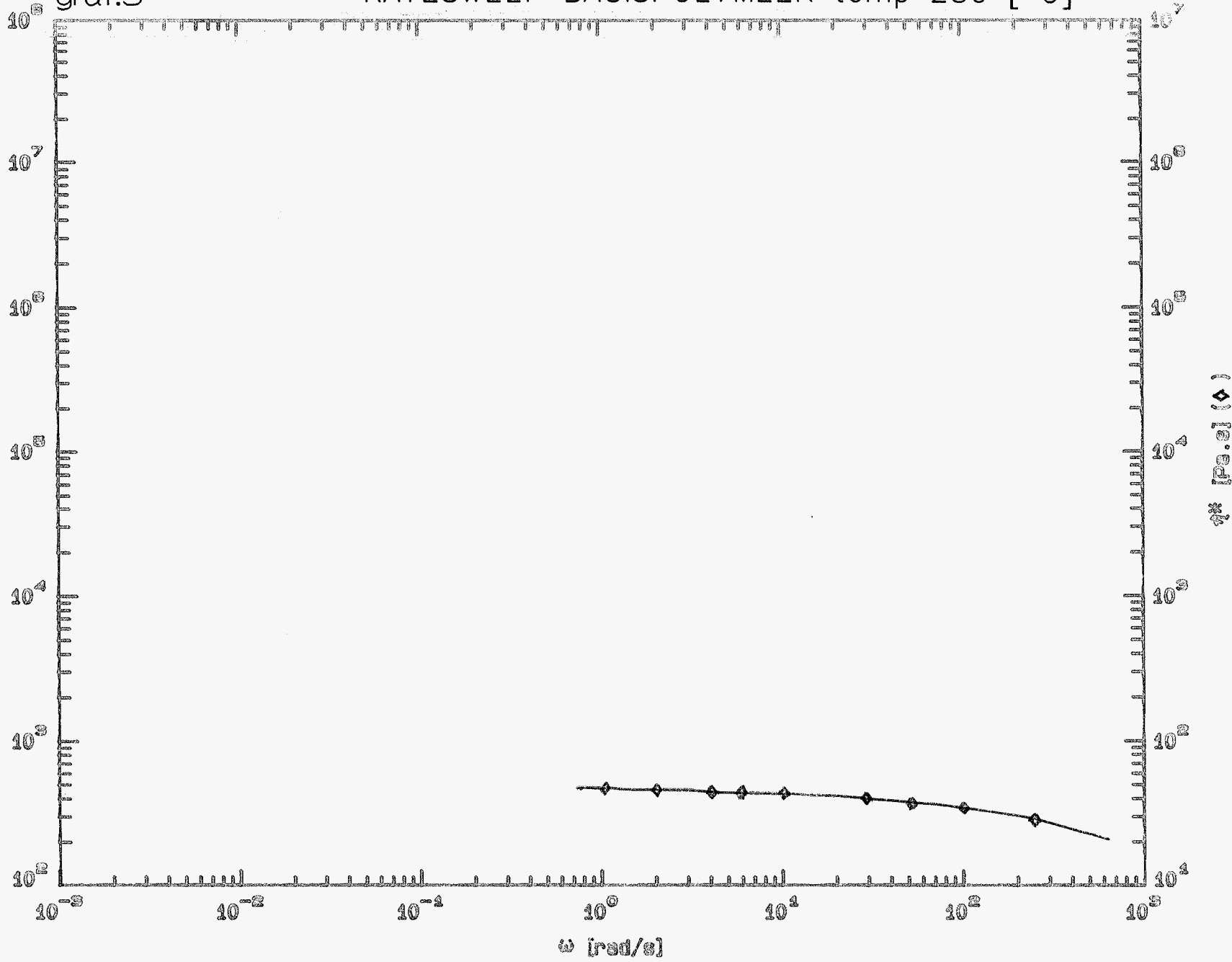
strain 2%
rate sweep temp 285 [°C]

graf.2



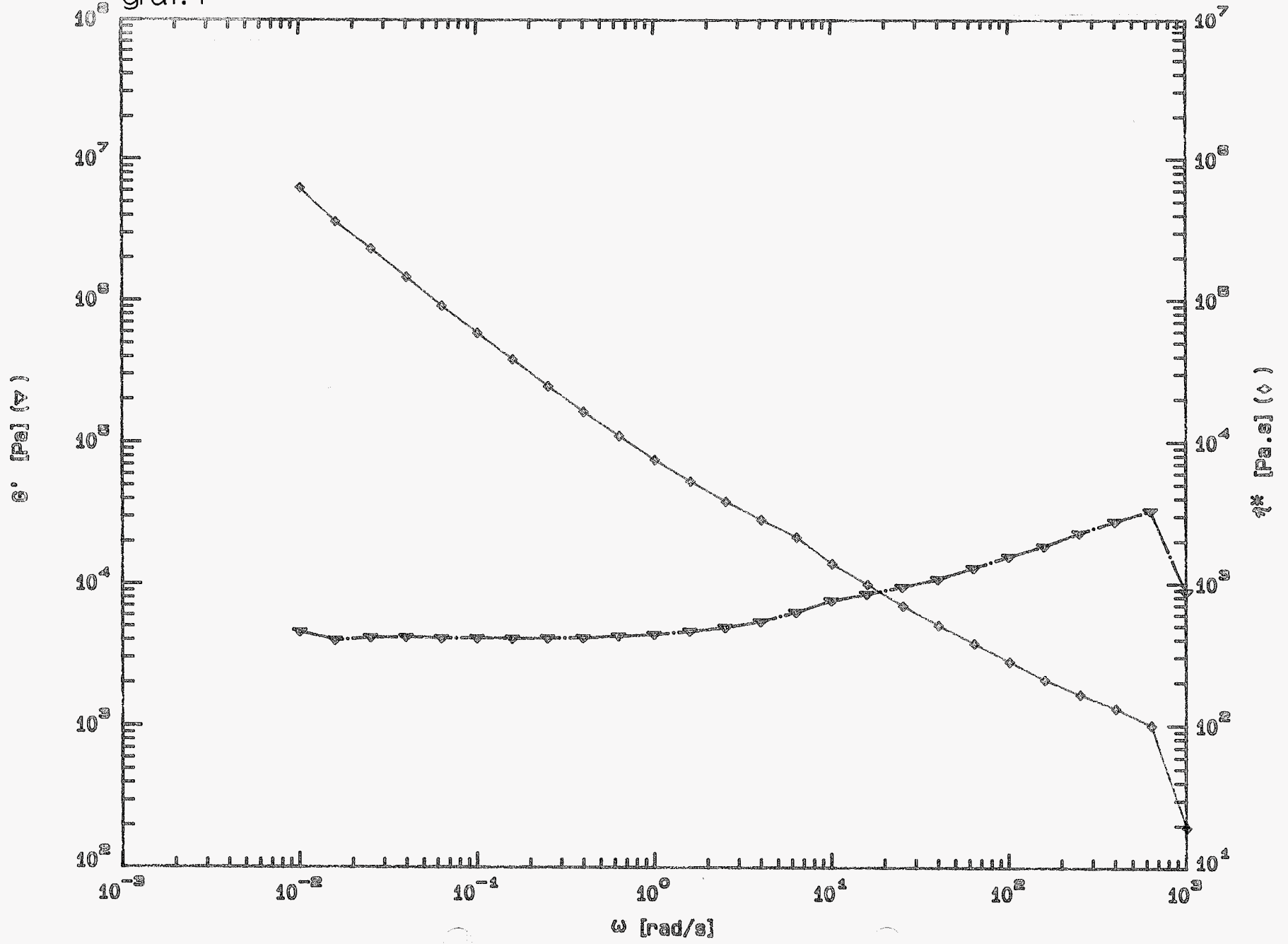
graf.3

RATESWEEP BASISPOLYMEER temp 280 [°C]



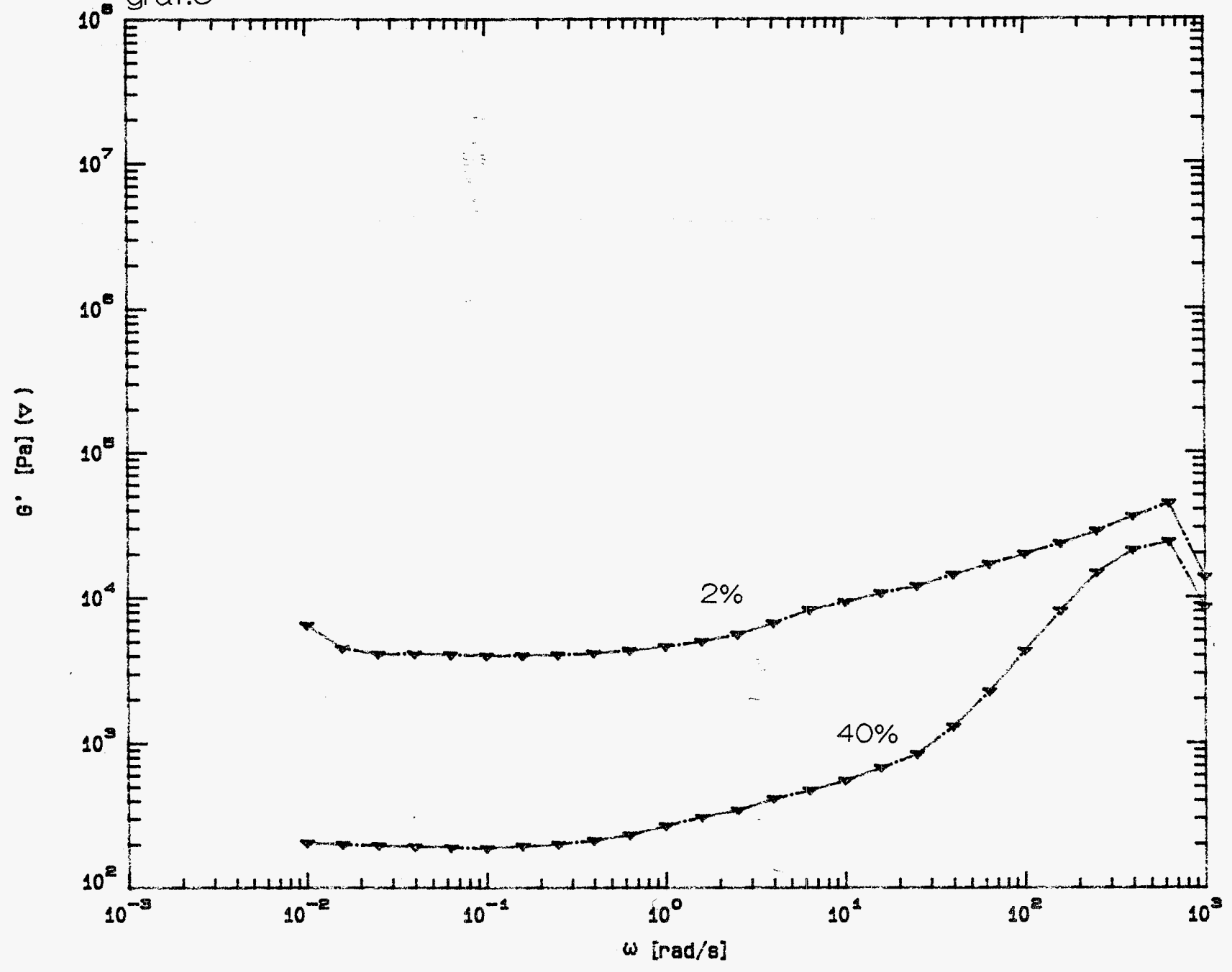
(zonder N2) strain 2%
rate sweep temp 285 [°C]

graf.4



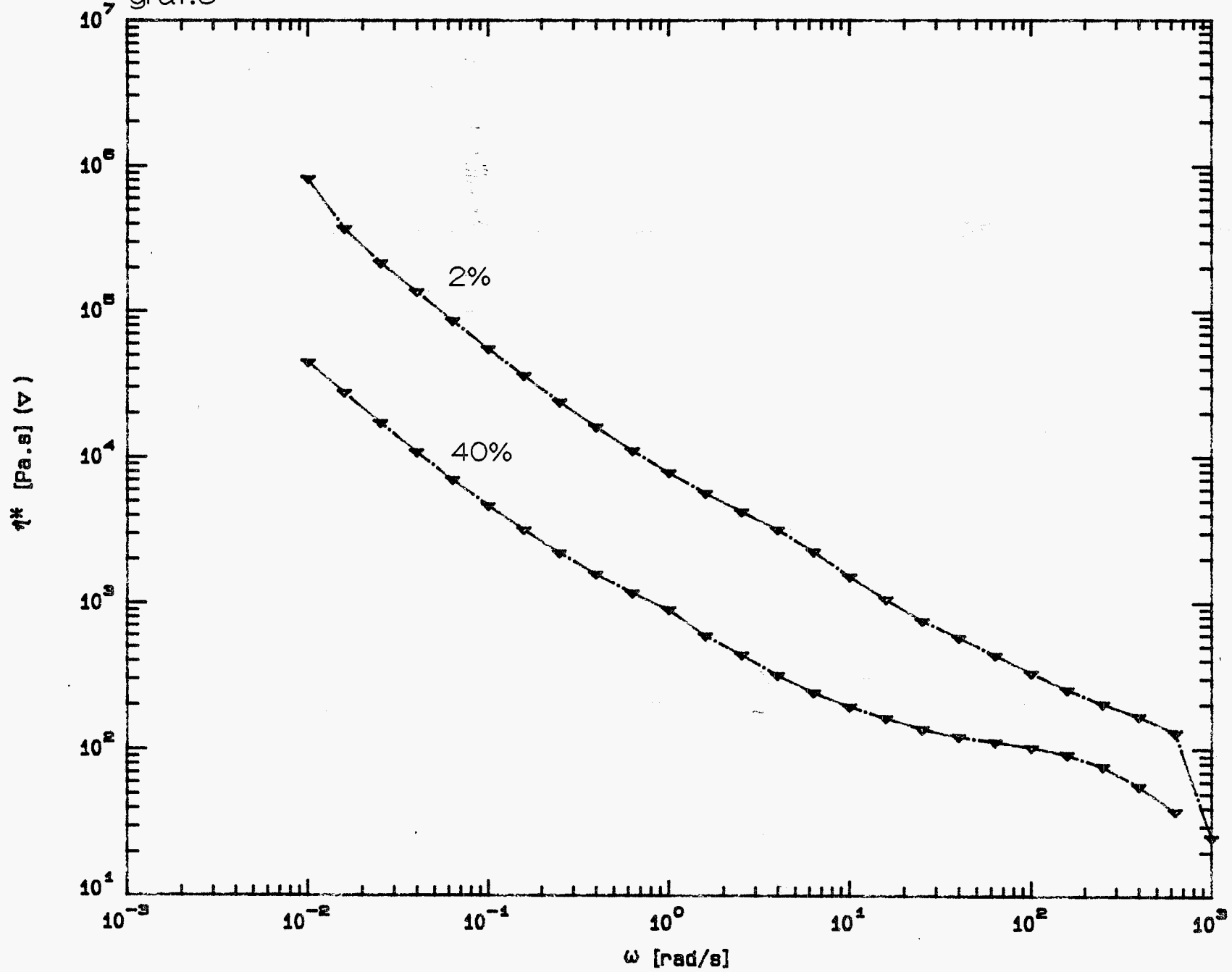
strain 2% en 40%
rate sweep temp 285 [°C]

graf.5



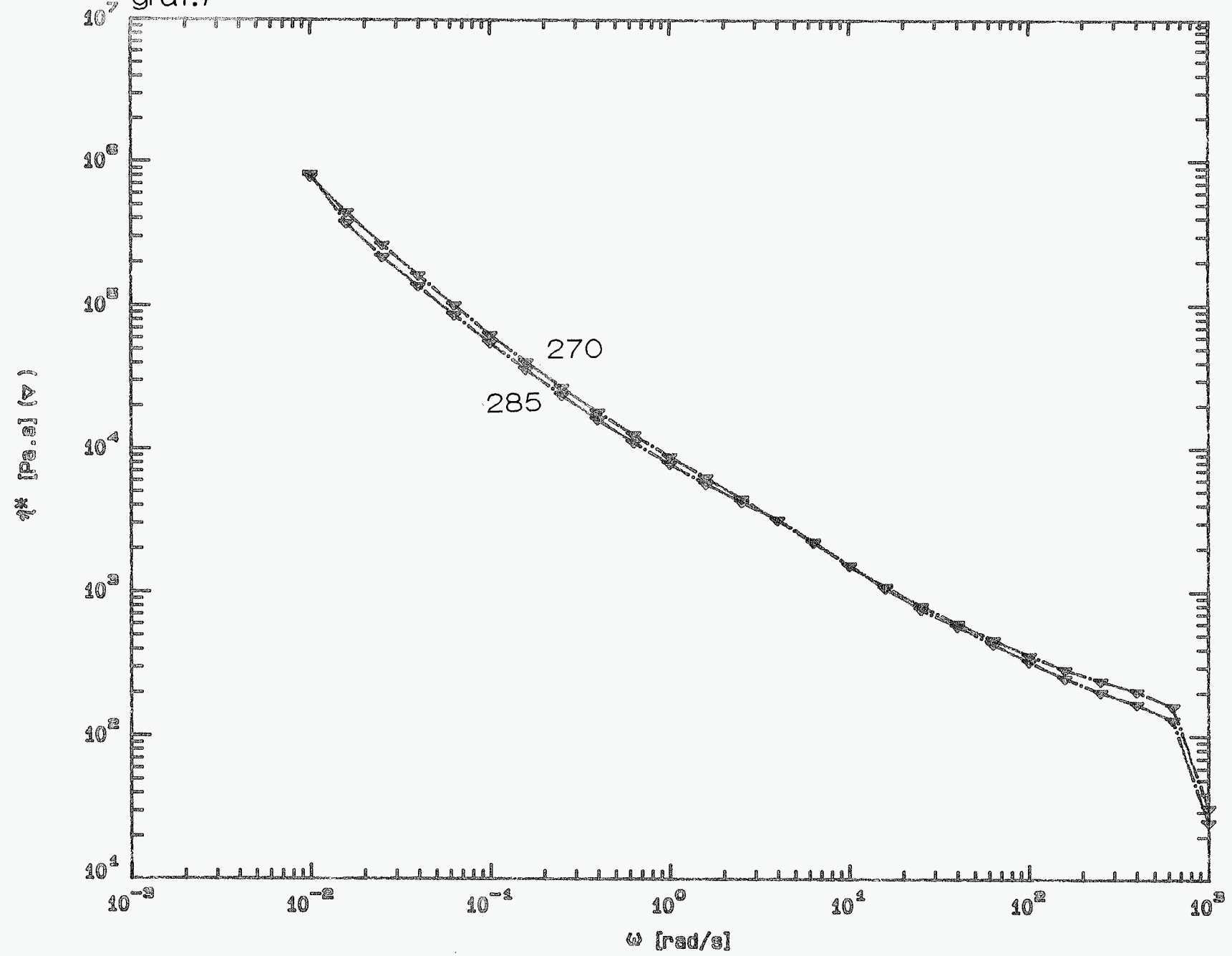
strain 2% en 40%
rate sweep temp 285 [°C]

graf.6



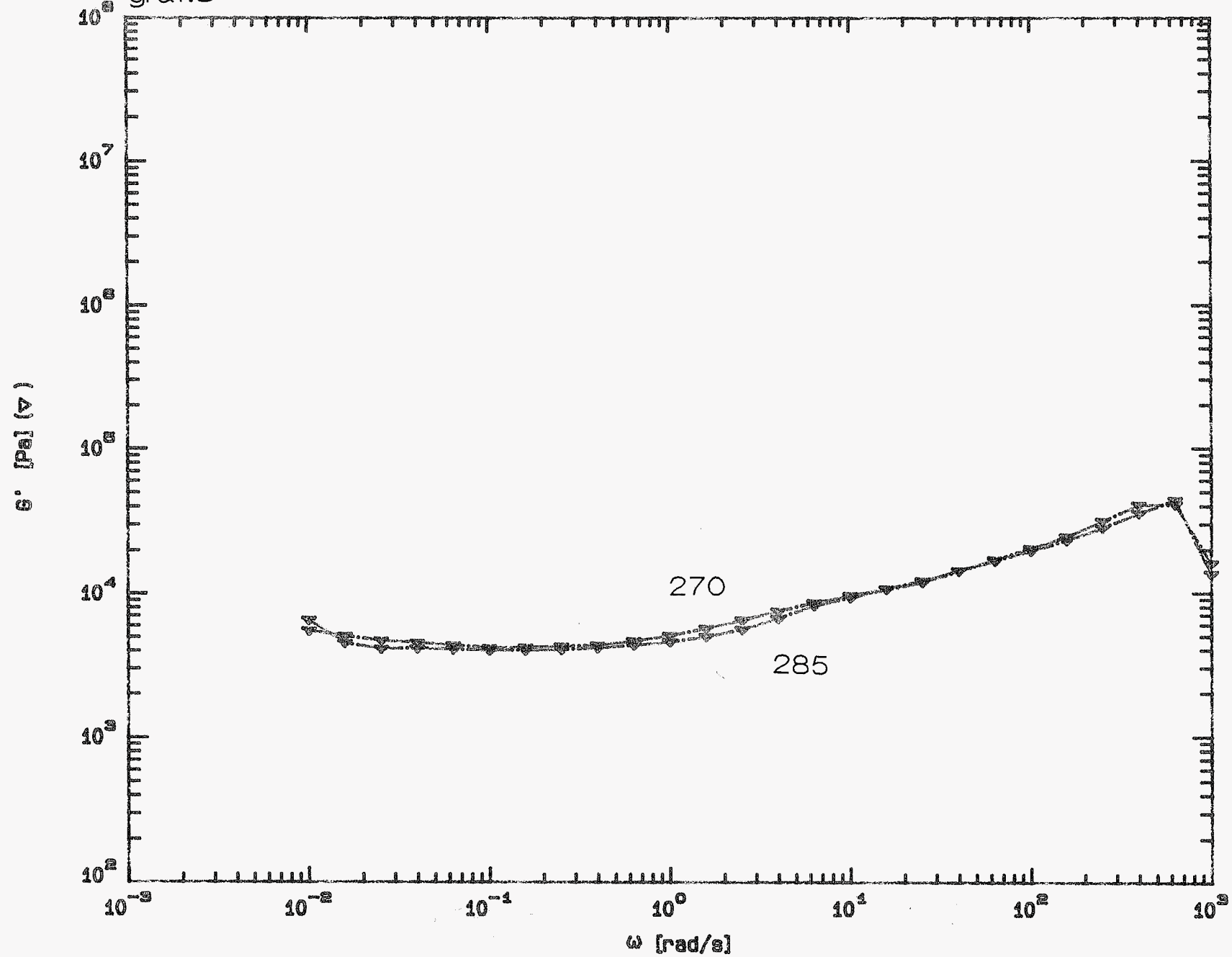
strain 2%
rate sweep temp 270 en 285 [°C]

graf.7



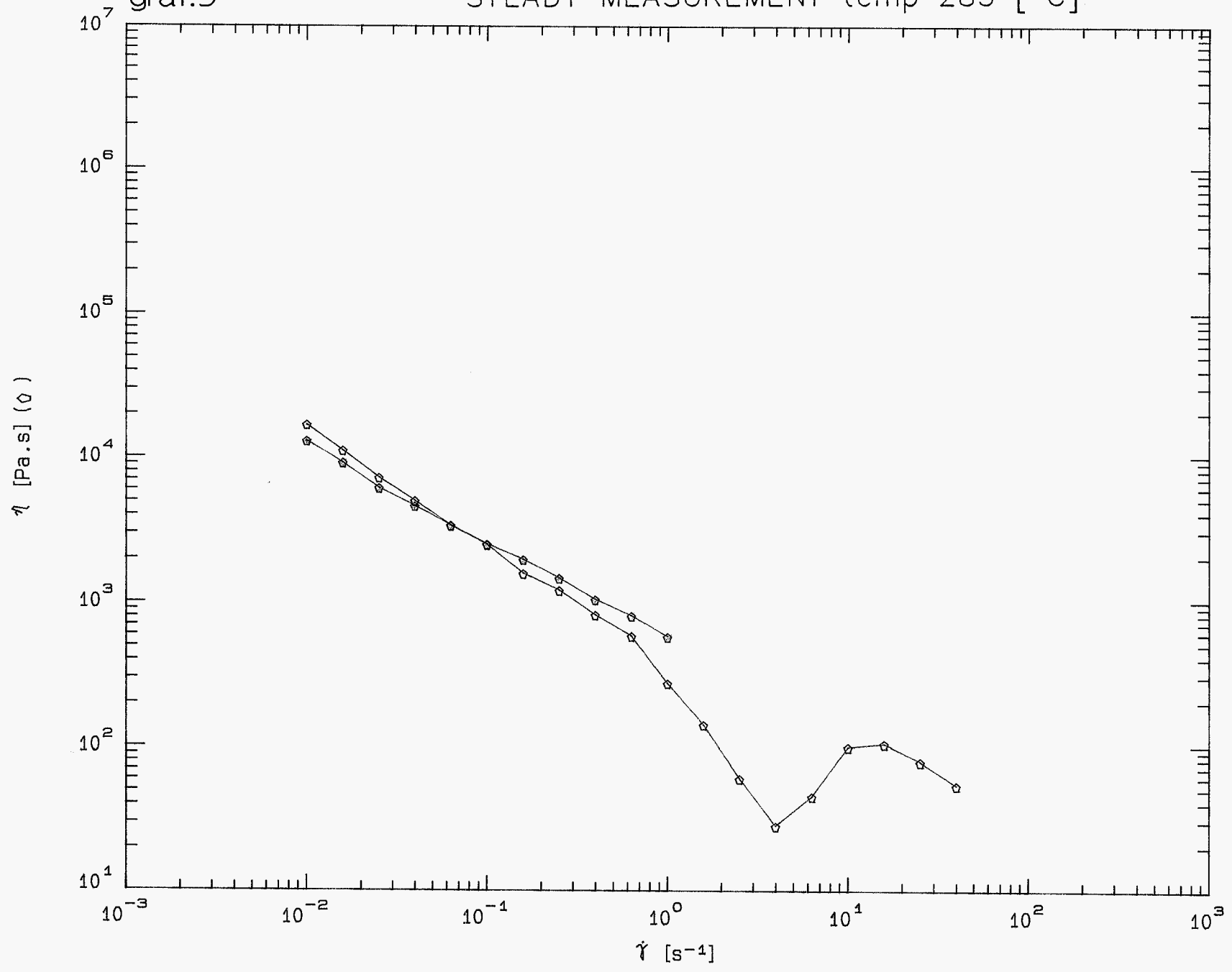
strain 2%
rate sweep temp 270 en 285 [°C]

graf.8



graf.9

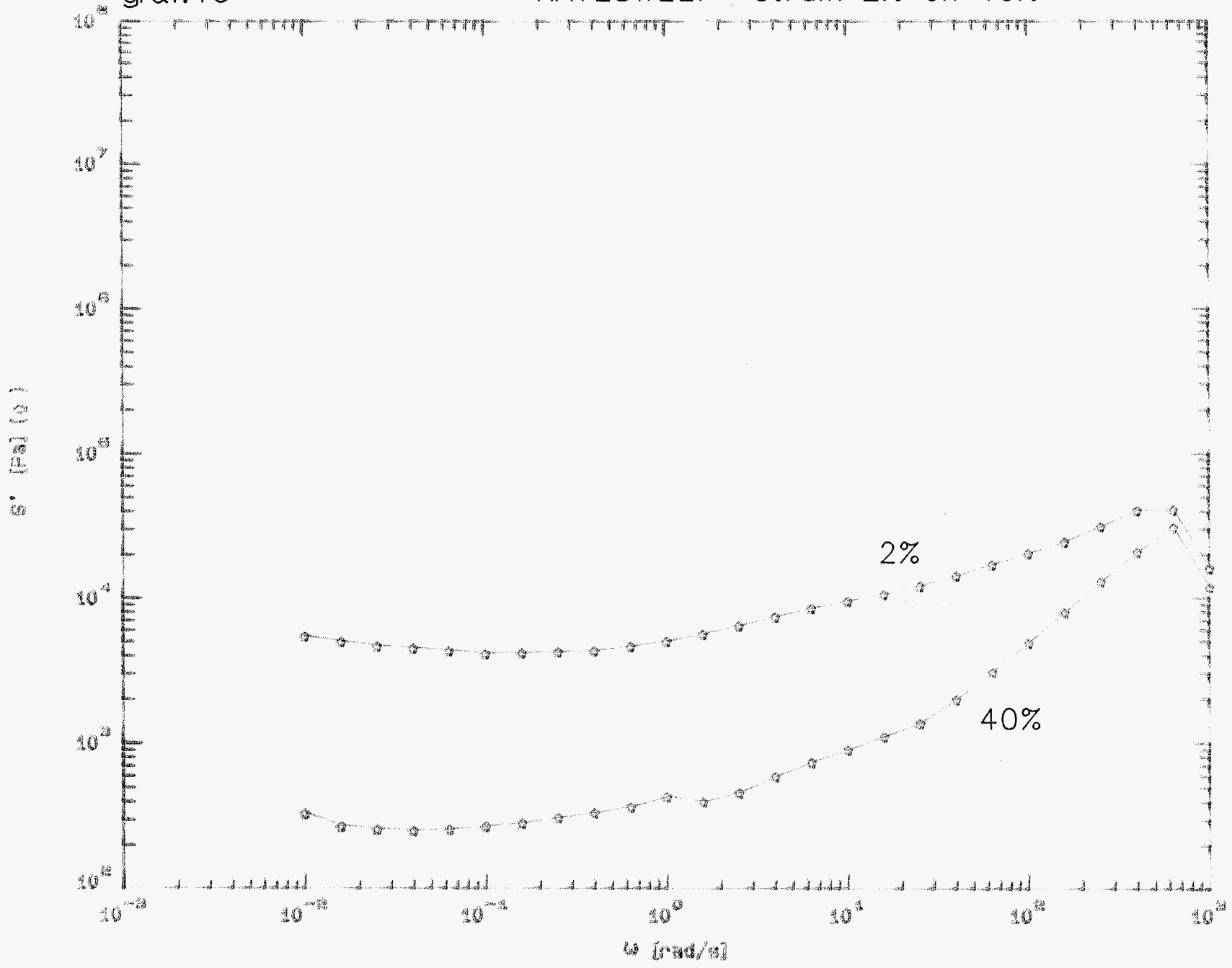
STEADY MEASUREMENT temp 285 [°C]



temp 270 [°C]

RATESWEEP strain 2% en 40%

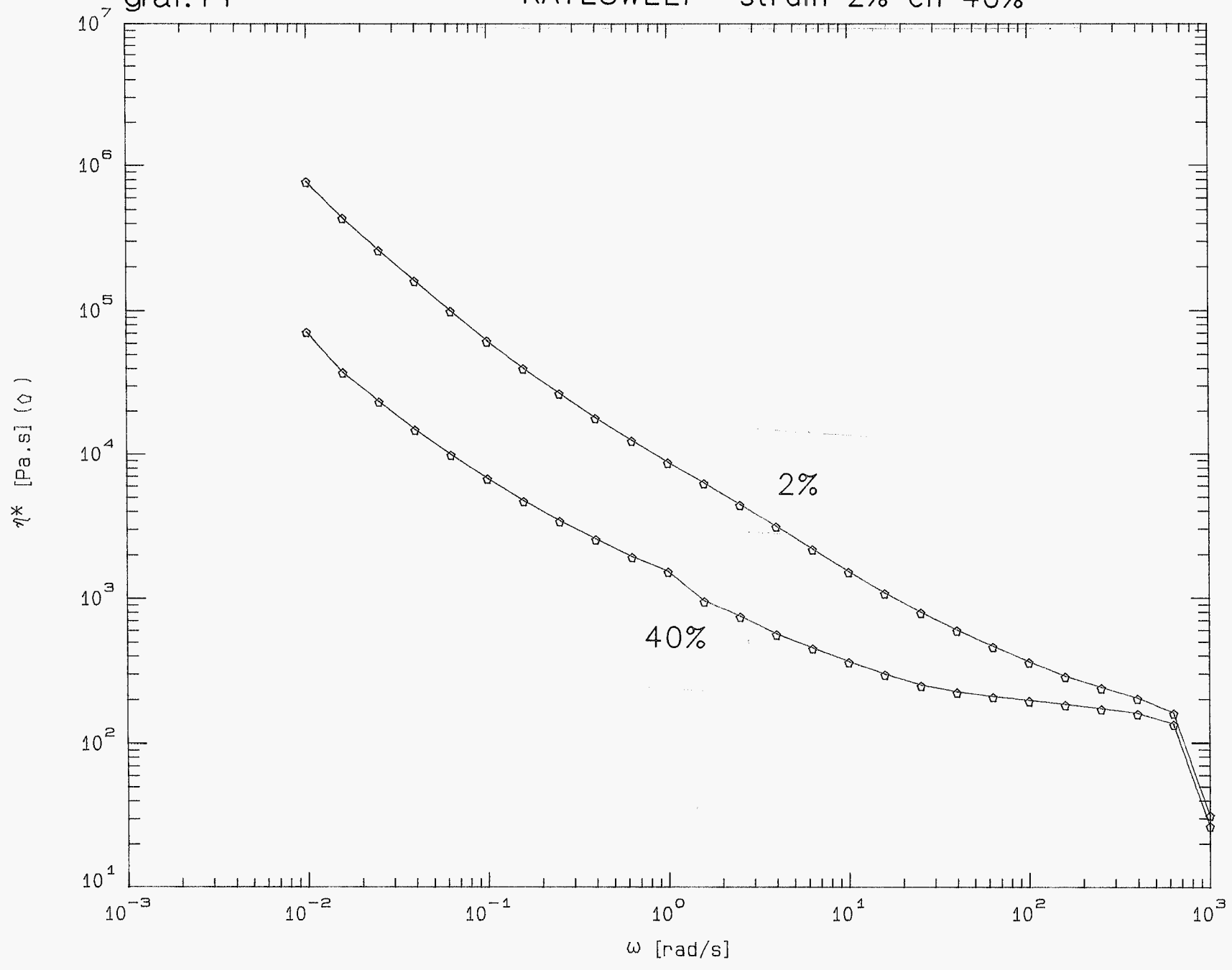
graf.10



temp 270 [°C]

RATESWEEP strain 2% en 40%

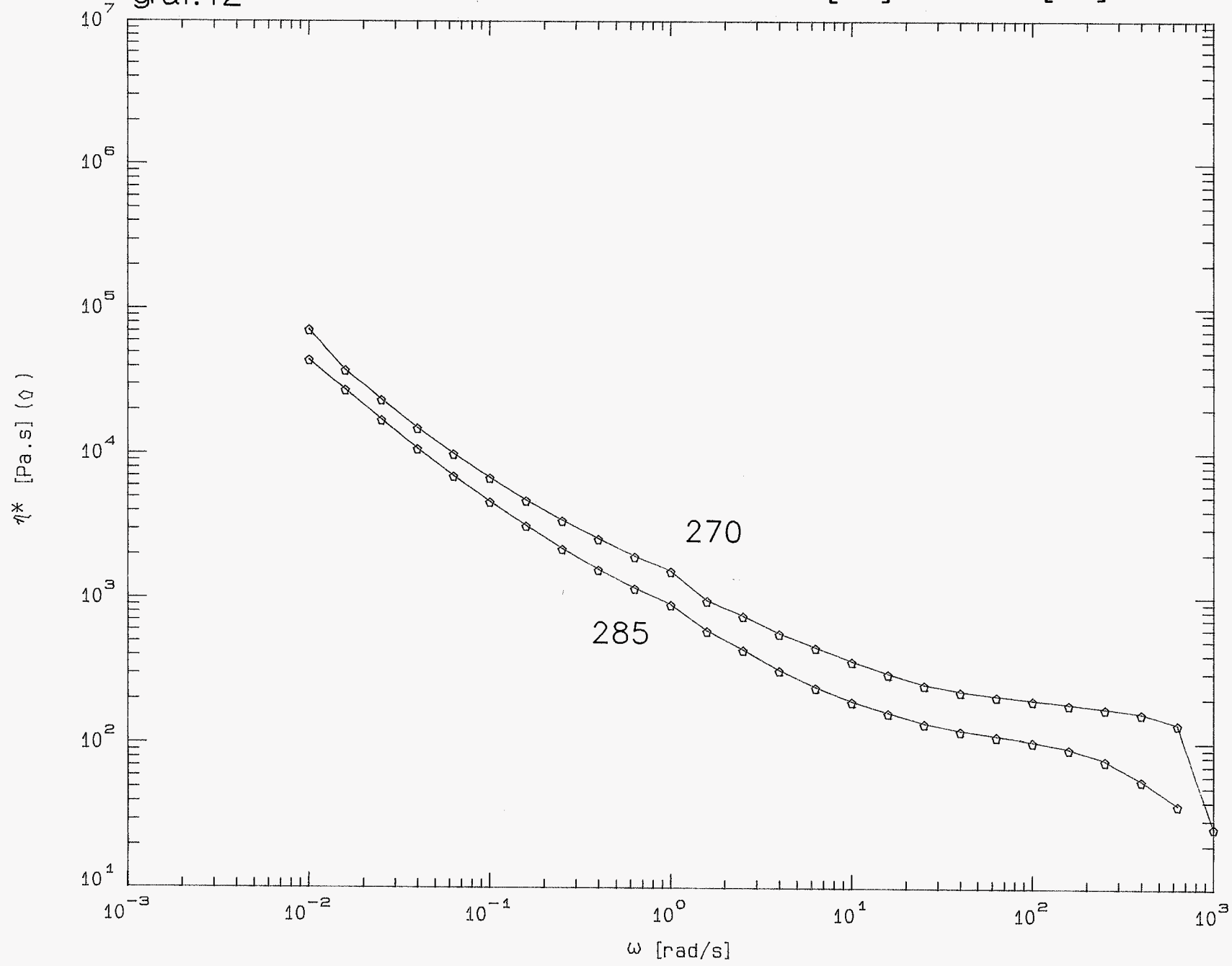
graf.11



strain 40%

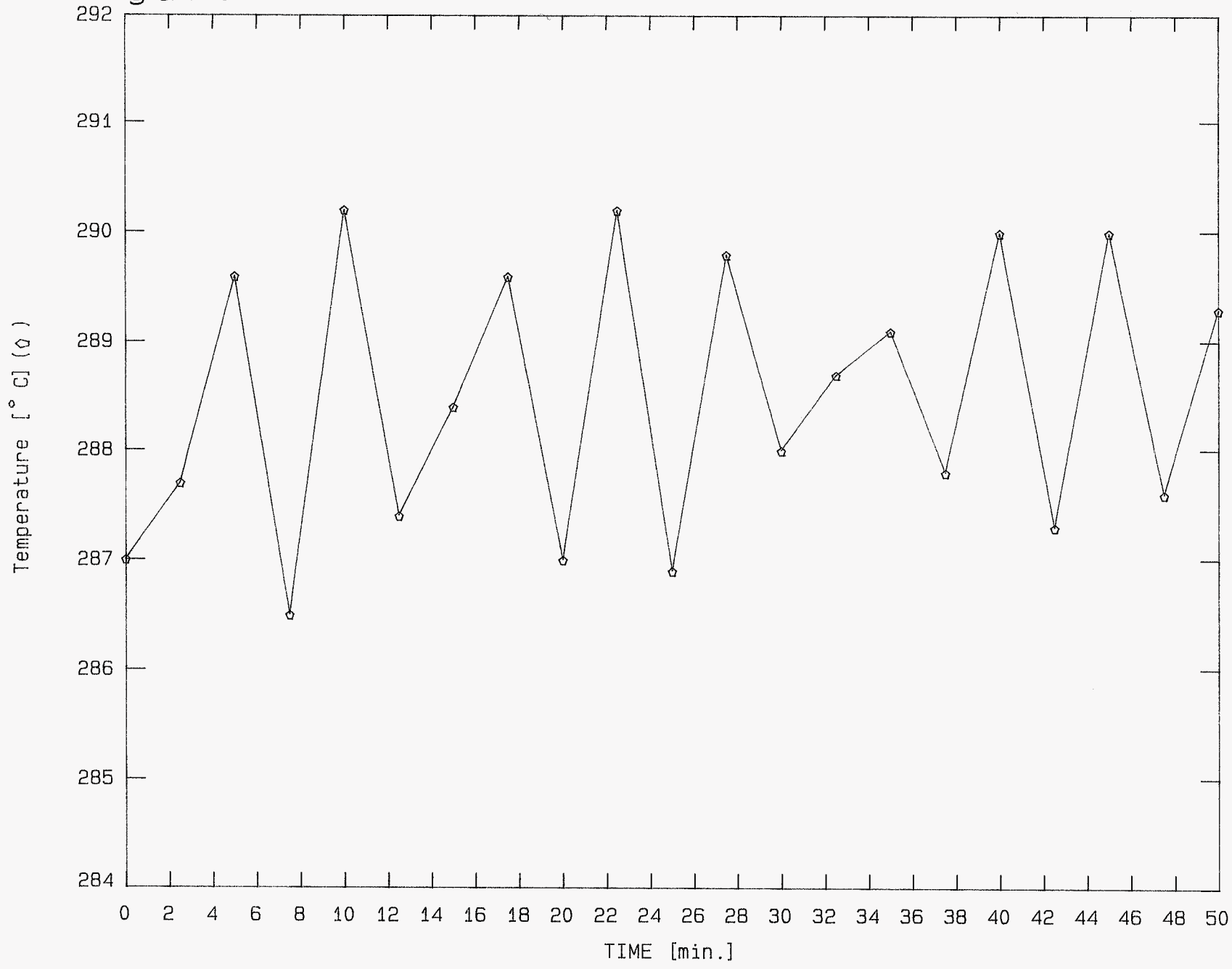
RATESWEEP 270 [°C] en 285 [°C]

graf.12



graf.13

rate 1e1 [1/s]
TIMESWEEP temp 285 [°C] strain 2%



Rheometrics RECAP II

Experiment No. : 11 Sample No. : 1

Title:
time 11

Operator : r

Date and Time : Friday, 30 Mar 90 - 15:28:52

Operating Mode : DYNAMIC

Sweep Type : 6 Time Sweep

Geometry : Disk & Plate

RADIUS : 12.500
GAP : 2.000

time 11

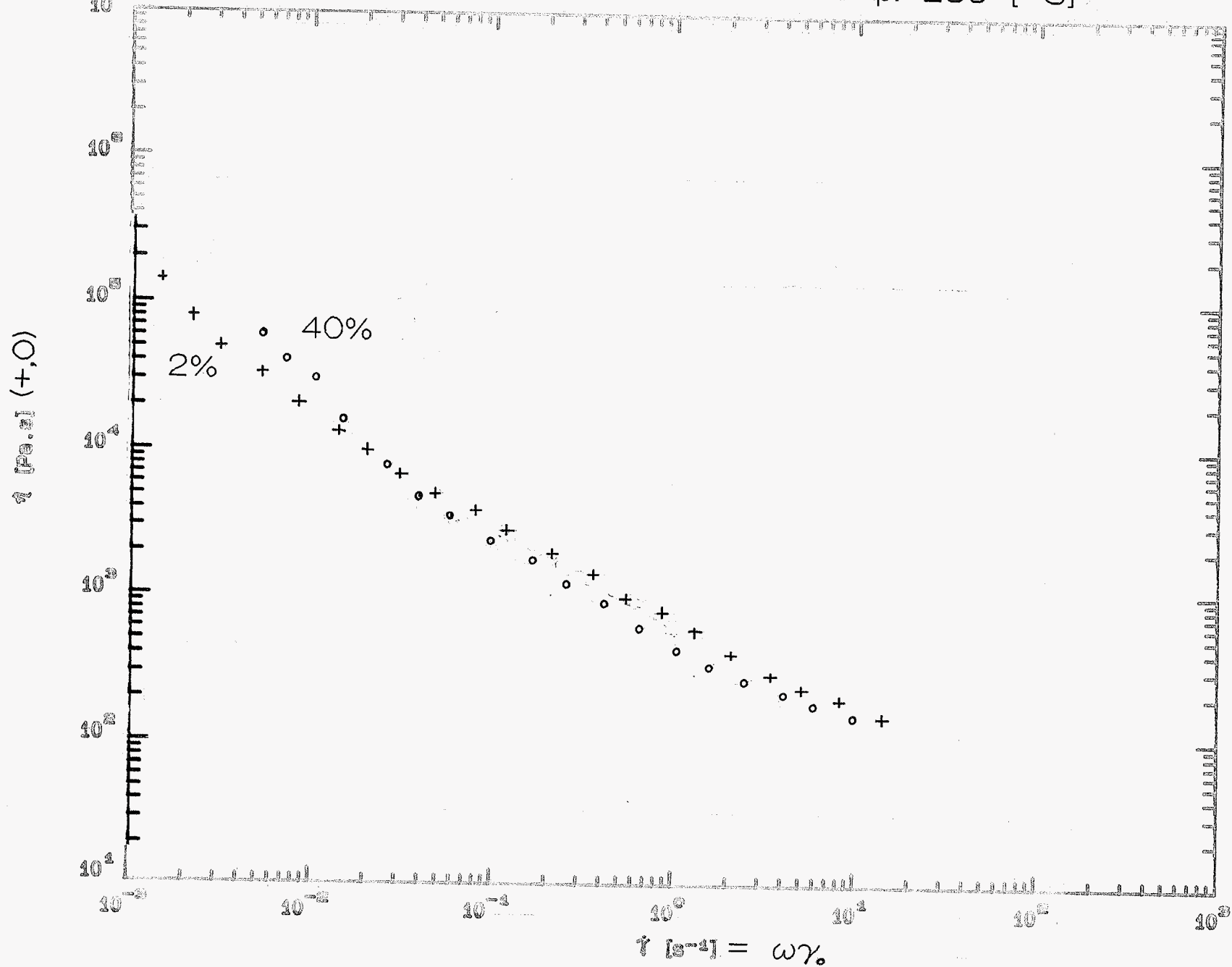
NO.	TIME min.	FREQ rad/s	TEMP degrees c	%STRAIN	TORQUE g.cm	TAN_DELTA
1	0.0	1.000e+01	287.0	2.001e+00	1.148e+01	1.124e+00
2	2.5	1.000e+01	287.7	2.003e+00	9.722e+00	1.393e+00
3	5.0	1.000e+01	289.6	2.004e+00	9.575e+00	1.426e+00
4	7.5	1.000e+01	286.5	2.004e+00	9.449e+00	1.466e+00
5	10.0	1.000e+01	290.2	2.001e+00	9.353e+00	1.547e+00
6	12.5	1.000e+01	287.4	2.001e+00	9.208e+00	1.586e+00
7	15.0	1.000e+01	288.4	2.002e+00	9.105e+00	1.600e+00
8	17.5	1.000e+01	289.6	2.002e+00	9.042e+00	1.613e+00
9	20.0	1.000e+01	287.0	2.002e+00	8.930e+00	1.627e+00
10	22.5	1.000e+01	290.2	2.002e+00	8.868e+00	1.639e+00
11	25.0	1.000e+01	286.9	2.002e+00	8.763e+00	1.648e+00
12	27.5	1.000e+01	289.8	2.002e+00	8.758e+00	1.675e+00
13	30.0	1.000e+01	288.0	2.002e+00	8.643e+00	1.709e+00
14	32.5	1.000e+01	288.7	2.002e+00	8.529e+00	1.728e+00
15	35.0	1.000e+01	289.1	2.002e+00	8.483e+00	1.732e+00
16	37.5	1.000e+01	287.8	2.002e+00	8.387e+00	1.744e+00
17	40.0	1.000e+01	290.0	2.003e+00	8.340e+00	1.753e+00
18	42.5	1.000e+01	287.3	2.003e+00	8.242e+00	1.756e+00
19	45.0	1.000e+01	290.0	2.003e+00	8.215e+00	1.774e+00
20	47.5	1.000e+01	287.6	2.003e+00	8.145e+00	1.800e+00
21	50.0	1.000e+01	289.3	2.003e+00	8.109e+00	1.810e+00

NO.	G' Pa	G'' Pa	G* Pa	ETA' Pa.s	ETA'' Pa.s	ETA* Pa.s
1	1.219e+04	1.370e+04	1.834e+04	1.370e+03	1.219e+03	1.834e+03
2	9.044e+03	1.260e+04	1.551e+04	1.260e+03	9.044e+02	1.551e+03
3	8.771e+03	1.250e+04	1.527e+04	1.250e+03	8.771e+02	1.527e+03
4	8.494e+03	1.246e+04	1.508e+04	1.246e+03	8.494e+02	1.508e+03
5	8.110e+03	1.255e+04	1.494e+04	1.255e+03	8.110e+02	1.494e+03
6	7.843e+03	1.244e+04	1.471e+04	1.244e+03	7.843e+02	1.471e+03
7	7.706e+03	1.233e+04	1.454e+04	1.233e+03	7.706e+02	1.454e+03
8	7.608e+03	1.227e+04	1.444e+04	1.227e+03	7.608e+02	1.444e+03
9	7.468e+03	1.215e+04	1.426e+04	1.215e+03	7.468e+02	1.426e+03
10	7.374e+03	1.209e+04	1.416e+04	1.209e+03	7.374e+02	1.416e+03
11	7.256e+03	1.196e+04	1.399e+04	1.196e+03	7.256e+02	1.399e+03
12	7.167e+03	1.201e+04	1.398e+04	1.201e+03	7.167e+02	1.398e+03
13	6.970e+03	1.191e+04	1.380e+04	1.191e+03	6.970e+02	1.380e+03
14	6.821e+03	1.178e+04	1.362e+04	1.178e+03	6.821e+02	1.362e+03
15	6.772e+03	1.173e+04	1.354e+04	1.173e+03	6.772e+02	1.354e+03
16	6.658e+03	1.162e+04	1.339e+04	1.162e+03	6.658e+02	1.339e+03
17	6.597e+03	1.156e+04	1.331e+04	1.156e+03	6.597e+02	1.331e+03
18	6.509e+03	1.143e+04	1.316e+04	1.143e+03	6.509e+02	1.316e+03
19	6.439e+03	1.142e+04	1.311e+04	1.142e+03	6.439e+02	1.311e+03
20	6.314e+03	1.136e+04	1.300e+04	1.136e+03	6.314e+02	1.300e+03
21	6.259e+03	1.133e+04	1.294e+04	1.133e+03	6.259e+02	1.294e+03

strain 2% en 40%

MAXWELL VISCOSITY temp. 285 [°C]

10⁷ graf.14

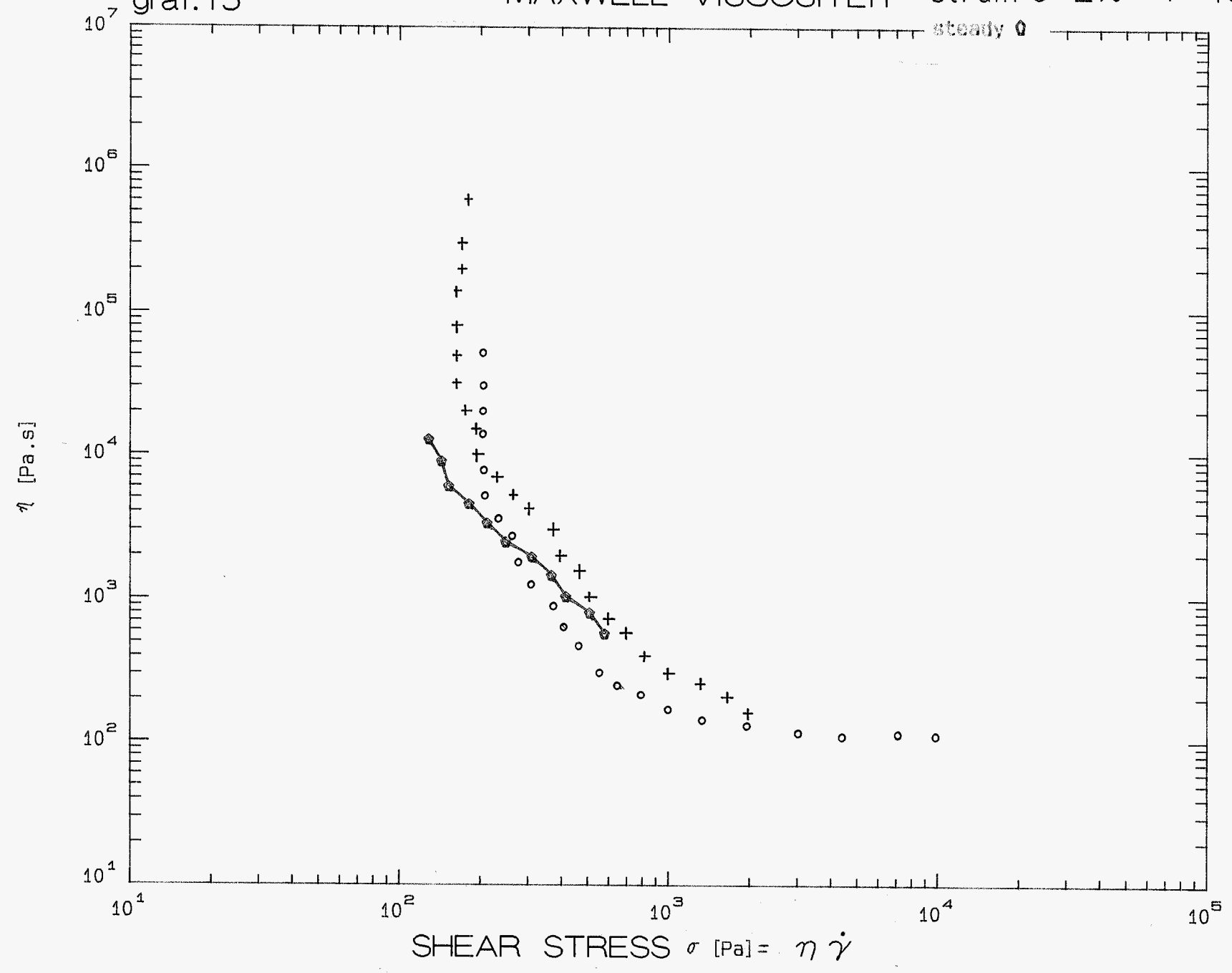


285 [°C]

graf.15

MAXWELL VISCOSITEIT strain 0 2% + 40%

steady $\dot{\gamma}$



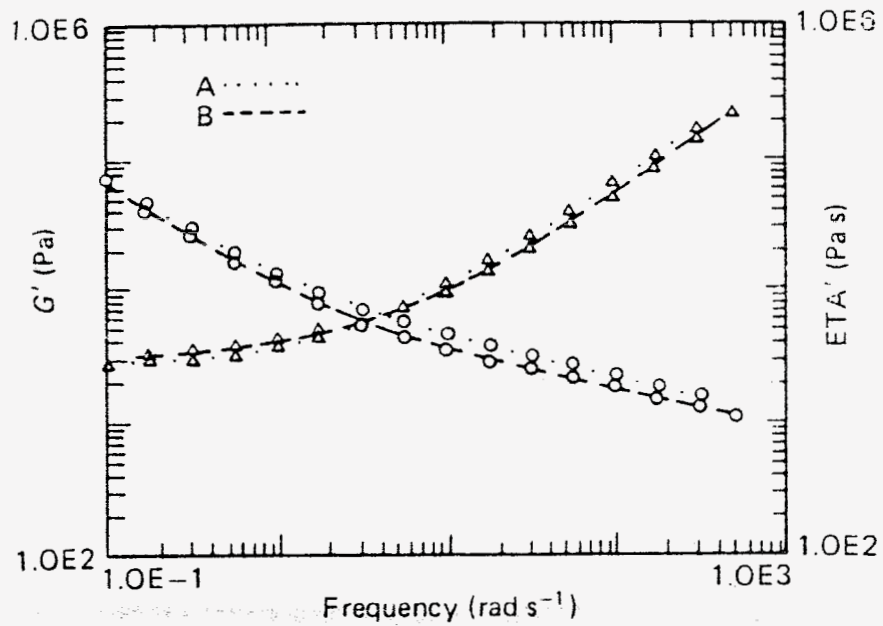


Fig. 2 Effect of laminate thickness between 5-ply (A) and 19-ply (B) for carbon fibre crossply structure

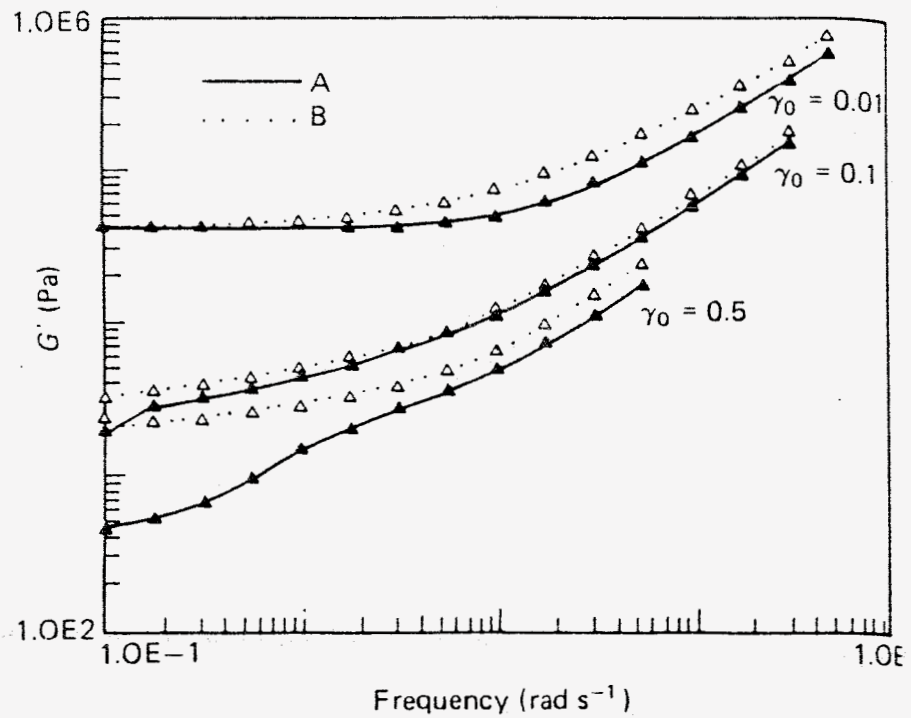


Fig. 4 Comparison of crossply (A) and parallel ply (B) carbon fibre composite dynamic modulus.

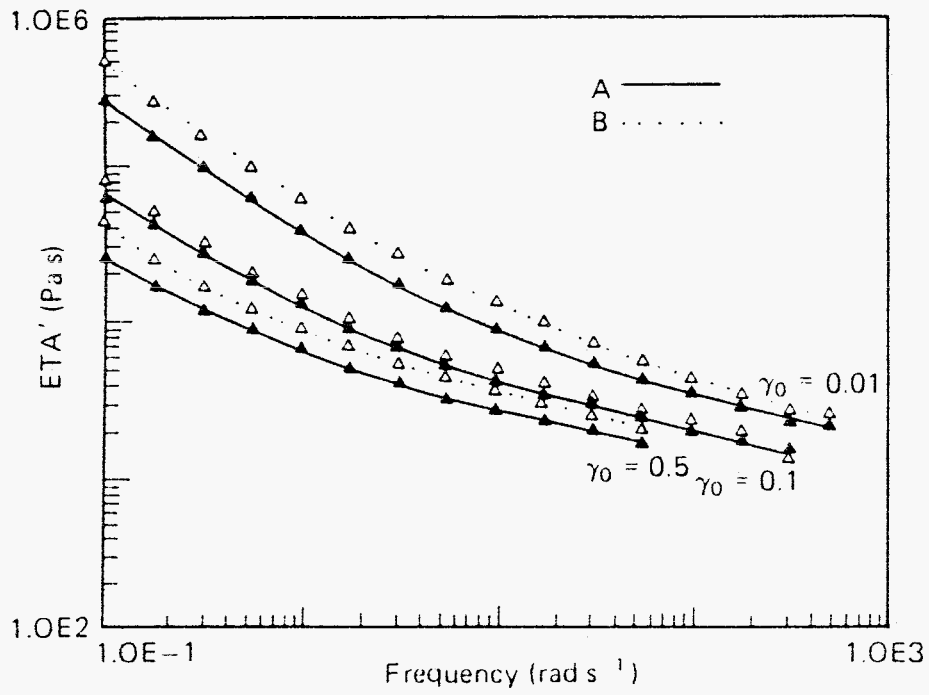


Fig. 3 Comparison of crossply (A) and parallel ply (B) carbon fibre composite dynamic viscosity

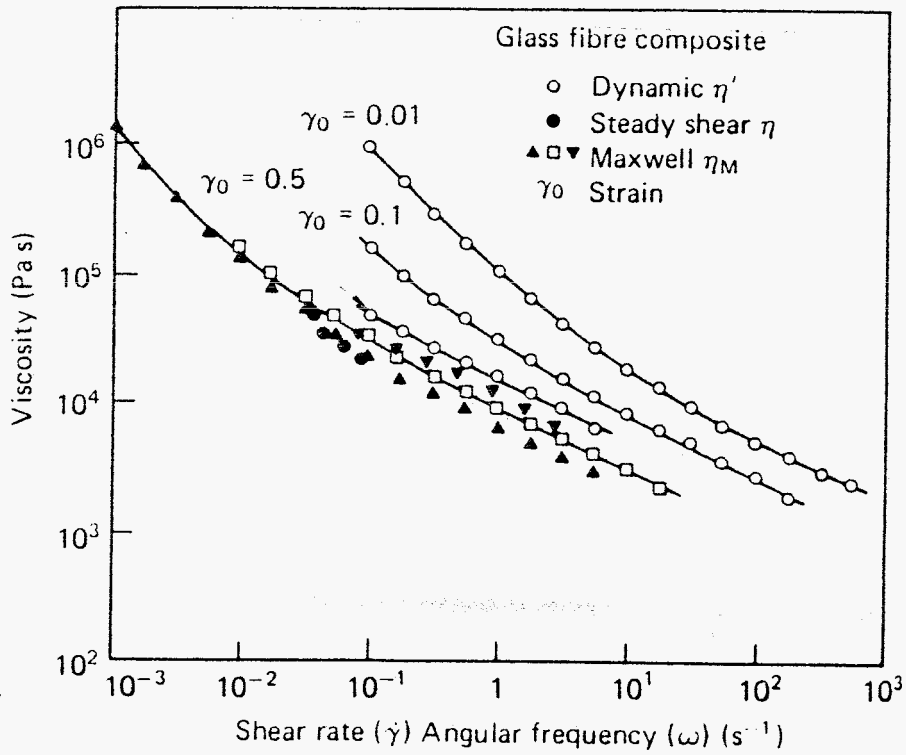


Fig. 6 Comparison of dynamic, steady shear and apparent Maxwell viscosities for glass fibre composite

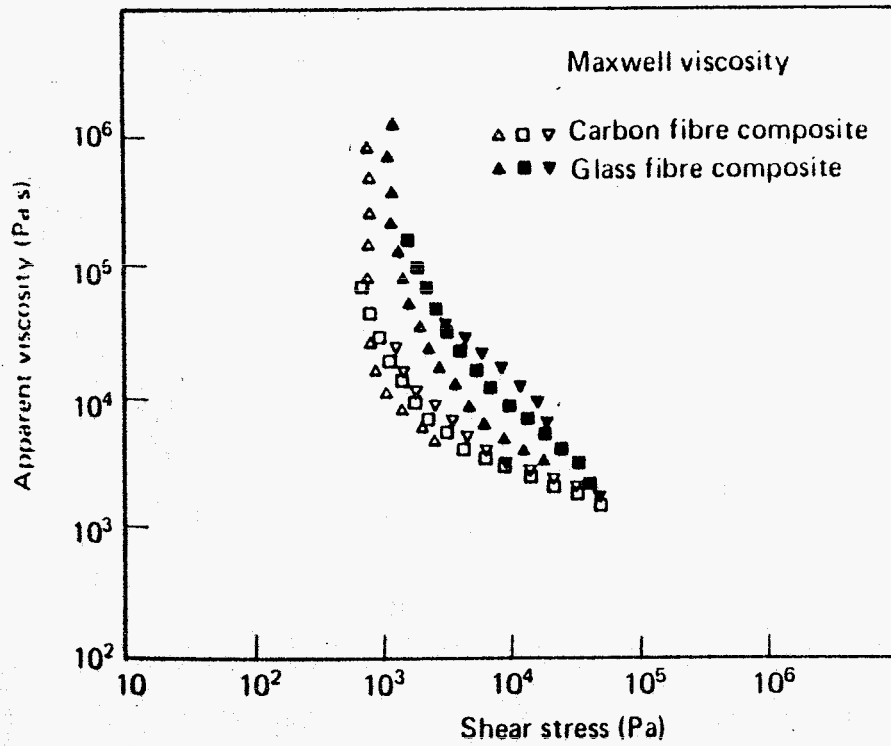


Fig. 8 Stress dependence of the dynamic and apparent Maxwell viscosities for carbon fibre and glass fibre composites