

## MASTER

### Karakterisering van de interphase in composieten

Agten, E.

*Award date:*  
1996

[Link to publication](#)

#### **Disclaimer**

This document contains a student thesis (bachelor's or master's), as authored by a student at Eindhoven University of Technology. Student theses are made available in the TU/e repository upon obtaining the required degree. The grade received is not published on the document as presented in the repository. The required complexity or quality of research of student theses may vary by program, and the required minimum study period may vary in duration.

#### **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

#### **Take down policy**

If you believe that this document breaches copyright please contact us providing details, and we will remove access to the work immediately and investigate your claim.

# KARAKTERISERING VAN DE INTERPHASE IN COMPOSITEN

Eric Agten

WFW-afstudeerrapport: 96.011

Begeleiding:           ir. P.F.M. Meurs  
                          dr.ir. P.J.G. Schreurs  
Hoogleraar:   prof.dr.ir. H.E.H. Meijer

Eric Agten  
Eindhoven, januari 1996  
Technische Universiteit Eindhoven  
Faculteit Werktuigbouwkunde  
Vakgroep WFW

# Samenvatting

Bij composieten is op de grens van vezel en matrix een interphase aanwezig die een afwijkend materiaalgedrag heeft ten opzichte van zowel vezel als matrix. Het karakteriseren van dit materiaalgedrag is met conventionele technieken niet mogelijk. In dit verslag wordt beschreven hoe met een alternatieve methode, de gecombineerde experimentele/numerieke methode, de mechanische eigenschappen van de interphase bepaald kunnen worden. Met deze methode kunnen, aan de hand van verplaatsingen van materiële punten, de materiaalparameters van het constitutieve model worden geschat met behulp van een optimaliseringsalgoritme. Dit algoritme is geïmplementeerd in de DIANA-module Parest, die momenteel alleen met 2D-elementtypen kan rekenen.

Het materiaal dat in dit onderzoek gebruikt wordt is glas-epoxy composiet. De proefstukken worden gemaakt van een laminaat dat bestaat uit een UD-composietplaat (gemaakt met filament-winding), die aan boven- en onderzijde is voorzien van een geweven glasmat.

Voordat de experimenten worden uitgevoerd, wordt aan de hand van simulaties bekeken hoe de experimenten gedaan moeten worden. Hierdoor is vooraf bekend of een experiment voldoende informatie kan opleveren om de materiaalparameters te schatten. Om voldoende informatie over de verplaatsingen in het materiaal te verkrijgen, wordt op het materiaal een aantal markers aangebracht waarvan de verplaatsing gemeten kan worden. Uit de simulaties blijkt dat een 5 bij 5 markerveld geschikt is, indien de markers op en rond de interphase zijn gepositioneerd. Bij de modellering wordt gebruik gemaakt van de lokale benadering. Dit houdt in dat de randmarkers de geometrie van het model vastleggen. De verplaatsingen van deze randmarkers vormen de randvoorwaarden. Omdat bij parameterschatten de verplaatsing van alle randknooppunten bekend moet zijn, schiet een 5 bij 5 markerveld in principe tekort. Dit kan echter ondervangen worden door gebruik te maken van interpolatie-technieken.

Na de simulaties is een experiment uitgevoerd waarbij een proefstuk in de Scanning Electronen Microscoop (SEM) transversaal wordt belast. De markers zijn met behulp van de SEM op het proefstuk aangebracht. Met behulp van de gemeten markerverplaatsingen wordt de E-modulus van de interphase geschat. Hoewel deze resulterende waarde waarschijnlijk te laag is, nog geen 10% van de waarde van de E-modulus van de matrix, blijkt de gecombineerde experimentele/numerieke methode bruikbaar te zijn bij de karakterisering van de interphase. De gevonden lage waarde van de modulus kan worden veroorzaakt door meetfouten in het experiment, verkeerde aannamen voor het constitutieve model van de interphase en het gebruik van een 2D-elementtype dat het experiment niet exact modelleert.

# Inhoudsopgave

Samenvatting .....	2
1 Inleiding .....	4
1.1 Probleemdefinitie .....	4
1.2 Mechanische eigenschappen van interfaces .....	4
1.3 Methode van aanpak .....	6
2 Het composietmateriaal .....	8
2.1 Inleiding .....	8
2.2 Gebruikte materialen .....	8
2.3 Het maken van een composiet .....	10
3 Het ontwerpen van experimenten .....	12
3.1 Inleiding .....	12
3.2 De experimentele/numerieke methode .....	12
3.2.1 Het experiment .....	13
3.2.2 Het eindige elementen model .....	13
3.2.3 Parameterschatten .....	14
3.3 Het gebruikte model .....	16
3.3.1 De geometrie en randvoorwaarden .....	16
3.3.2 De elementkeuze .....	18
3.4 Bepaling van de markerposities voor een experiment .....	21
3.5 De randvoorwaarden nader bekeken .....	25
4 Karakterisering van de interphase met de experimentele/numerieke methode .....	28
4.1 Inleiding .....	28
4.2 Het prepareren van proefstukken .....	28
4.3 Het experiment .....	29
4.4 Bepaling van de E-modulus .....	32
5 Conclusies en aanbevelingen .....	34
5.1 Conclusies .....	34
5.2 Aanbevelingen .....	35
6 Literatuurlijst .....	36

# 1 Inleiding

## 1.1 Probleemdefinitie

De laatste jaren is het belang van nieuwe methoden om materialen te karakteriseren toegenomen. Nieuwe en betere manieren om het mechanisch gedrag van materialen te bepalen zijn nodig om betrouwbare constitutieve relaties te formuleren. Dit geldt met name voor complexe, inhomogene materialen zoals biologische weefsel en composieten. In de vakgroep WFW van de faculteit werktuigbouwkunde van de TUE is een gecombineerde experimentele/numerieke methode ontwikkeld waarbij experimentele en numerieke data met elkaar vergeleken worden om een materiaalmodel te verbeteren. [Hendriks, 1991; v. Ratingen, 1994] Deze methode is gebaseerd op drie onderdelen: (i) het verkrijgen van informatie over verplaatsingen of rekken op verschillende posities in een materiaal met behulp van een experiment (veldinformatie), (ii) een eindig elementen model dat het experiment beschrijft en (iii) toepassing van methoden uit de systeemidentificatie [Hendriks, 1991]. De werkwijze is toe te passen bij de karakterisering van een inhomogeen materiaal zoals een composiet.

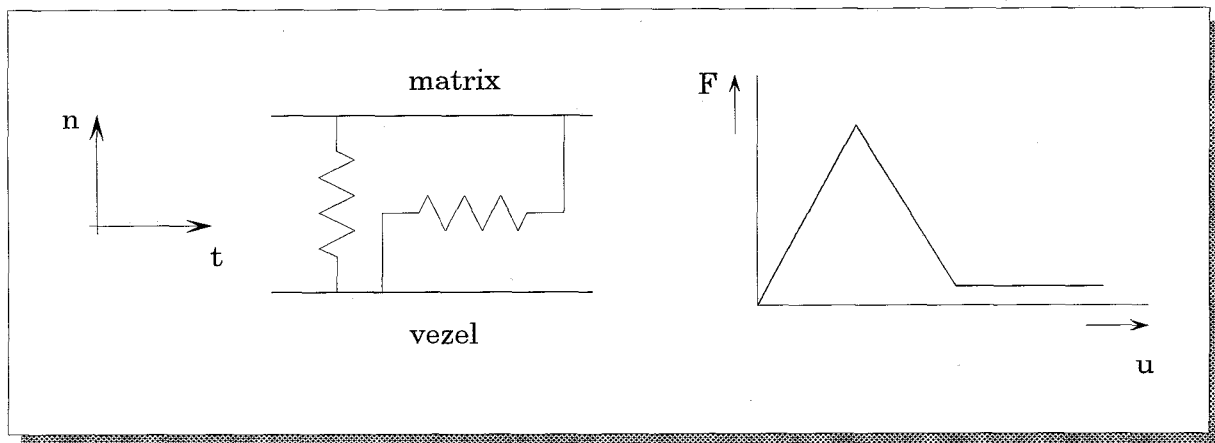
De laatste vijftien jaar is het aantal toepassingen van composieten in constructies sterk toegenomen. Dit komt voornamelijk door de zeer gunstige sterkte/gewichts-verhouding. Daarnaast bieden composieten een grote vrijheid ten aanzien van vormgeving. De mechanische eigenschappen zijn goed in de vezelrichting, maar relatief slecht in de transversale richting. Bij belasting van het composiet in de transversale richting kan namelijk de hechting tussen vezel en matrix verbroken worden (debonding) [De Kok, 1995], wat vaak leidt tot scheurvorming in de matrix met als gevolg het falen van de constructie. Hieruit blijkt dat het van belang is om te weten hoe sterk deze hechting is. De interface vormt de scheiding tussen vezel en matrix en heeft afwijkende materiaaleigenschappen ten opzichte van zowel de vezel als de matrix. Tot nu toe heeft onderzoek op het gebied van materiaalkunde, chemie, mechanica en chemische technologie met betrekking tot de interactie tussen vezel en matrix echter niet geleid tot een goede karakterisering van de mechanische eigenschappen van de interface [Meurs, 1994]. In dit verslag wordt een methode beschreven waarmee het mogelijk is om de materiaaleigenschappen van de interface te bepalen.

## 1.2 Mechanische eigenschappen van interfaces

De mechanische eigenschappen van de matrix en vezel in een composiet zijn bekend. Volledige karakterisering van de interface is echter een probleem, omdat de interface niet apart te belasten is in een experiment. De interface is namelijk niet te scheiden van de vezel en matrix. In het verleden werd uitsluitend het woord interface gebruikt om de grens tussen vezel en matrix aan te geven. Tegenwoordig wordt onderscheid gemaakt tussen interface en interphase. Voor deze twee begrippen gelden de volgende definities [Jayaraman, 1993(a)]:

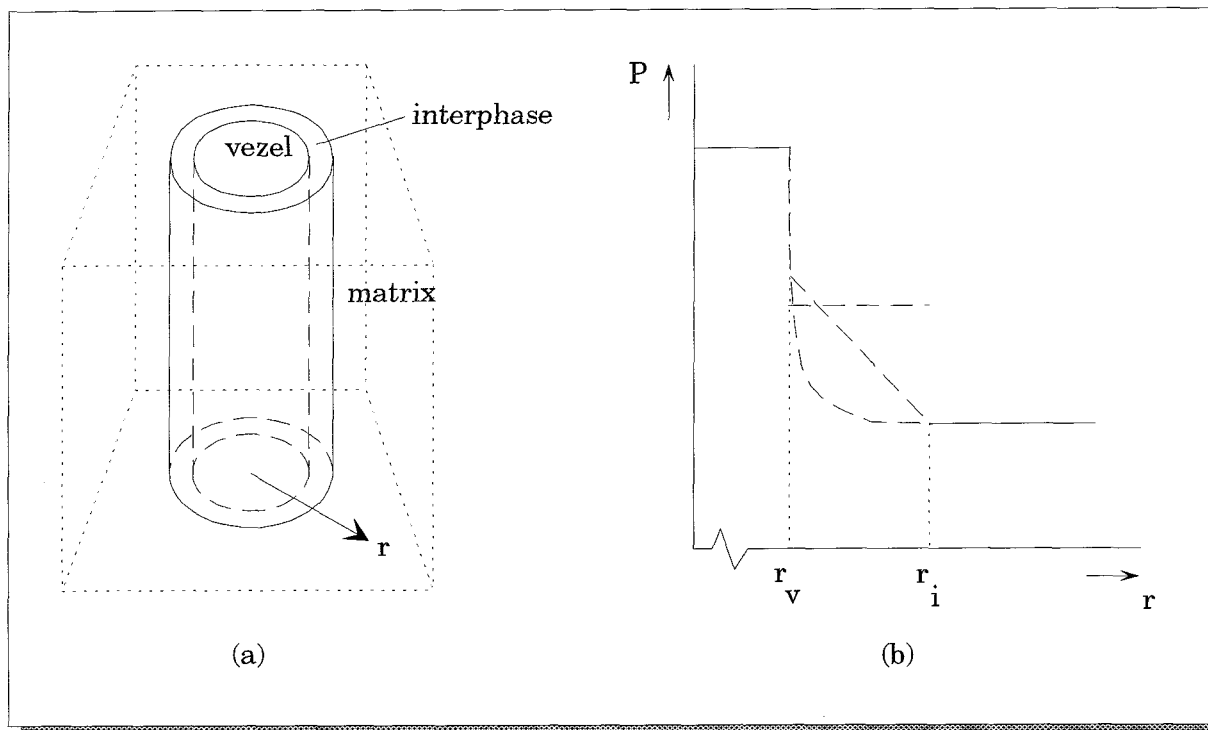
- Interface: Een twee-dimensionale grens die afzonderlijke fases van elkaar scheidt zoals de vezel en de matrix. (dikte = 0),
- Interphase: Het gebied (3D) dat ontstaat als gevolg van de hechting tussen vezel en matrix. Het heeft een afwijkende morfologie of chemische samenstelling en dus ook andere mechanische eigenschappen dan de bulkmatrix, (dikte > 0). Als de interphase oneindig dun wordt, wordt het een interface.

Modellen die de overgang tussen vezel en matrix beschrijven kunnen grofweg in twee groepen ingedeeld worden. Aan de ene kant is er het veer-model, waarmee een erg dunne laag van onbepaalde dikte tussen vezel en matrix gemodelleerd kan worden. Hierbij worden vezel en matrix met elkaar verbonden door een aantal veren in normaal- en tangentiële richting. De veercharacteristieken bepalen de mechanische eigenschappen van de interface in normaal- en tangentiële richting, zoals stijfheid en sterkte. (zie figuur 1.1)



*Figuur 1.1* Schematische weergave van een veer-laag model bij een interface; n geeft de normaal-richting t.o.v. de vezel weer, t de tangentiële richting.  
Voor beide richtingen is een mogelijk kracht(F)-verplaatsings(u)diagram getekend.

Het andere type model is het interphase model. Dit model gaat uit van een laag tussen vezel en matrix van een bepaalde dikte, waarvan de mechanische eigenschappen verschillen van die van vezel en matrix (zie figuur 1.2(a)). De materiaalparameters die hierbij de interphase beschrijven zijn bijvoorbeeld de E-modulus en de dwarscontractiecoëfficiënt. In figuur 1.2(b) representeert het gebied tussen  $r_v$  en  $r_f$  de interphase, waarvan het verloop van de materiaalparameter niet bekend is. Dit kan een lineair verloop hebben, maar ook een parabolisch verloop of constante waarde is mogelijk.



Figuur 1.2 (a) Schematische weergave van de ligging van de interphase in het composiet  
 (b) Weergave van de verandering van een materiaalparameter ( $P$ ) als functie van de straal  $r$ .  
 [Jayaraman, 1994]

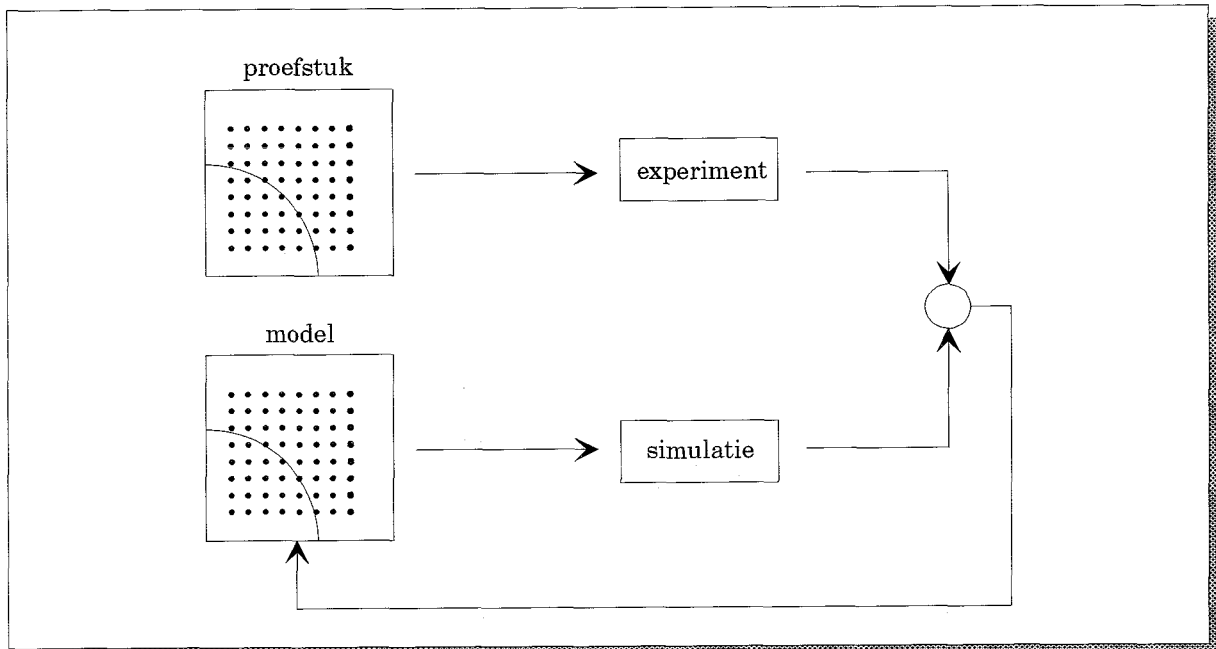
### 1.3 Methode van aanpak

Met conventionele technieken is het niet mogelijk om de interphase goed te kwantificeren. De gewenste materiaalparameters zijn namelijk niet rechtstreeks te meten en het inhomogeen materiaalgedrag van composieten maakt het noodzakelijk om een alternatieve methode toe te passen. Binnen WFW is een gecombineerd experimentele/numerieke methode in ontwikkeling, waarbij gebruik wordt gemaakt van veldinformatie. In dit verslag wordt nagegaan of deze methode geschikt is om de materiaaleigenschappen van de interphase te bepalen. Dit gebeurt aan de hand van een glas-epoxy composiet.

Bij dit onderzoek worden uni-directionele (UD) composieten door een trekbank in een elektronenmicroscoop (SEM) transversaal belast. Voordat een proefstuk belast wordt, wordt het lokaal voorzien van markers. Vervolgens wordt het transversaal belast en de resulterende verplaatsing van de markers wordt met behulp van beeldanalyse gemeten. Met behulp van deze verplaatsingen wordt het verplaatsingsveld bepaald. De verplaatsingen van de buitenste markers worden in het numerieke model gebruikt als randvoorwaarden. De overige markerverplaatsingen worden vergeleken met die met behulp van het numeriek model berekend zijn. Het verschil tussen deze waarden geeft aan hoe de materiaalparameters in het model aangepast moeten worden (zie figuur 1.3).

Om op een efficiënte wijze de benodigde experimenten te kunnen uitvoeren, is het van belang eerst met behulp van numerieke simulaties te kijken hoe het experiment opgezet dient te worden. Hierdoor is

vooraf bekend of het experiment voldoende informatie kan opleveren om de materiaalparameters te bepalen. Bij deze simulaties wordt met name gekeken naar het aantal benodigde markers, de positie hiervan en de noodzakelijke randvoorwaarden.



*Figuur 1.3* Schematische weergave van de gecombineerde experimentele/numerieke methode.

In dit verslag zal in hoofdstuk 2 nader ingegaan worden op de gebruikte materialen en hoe deze verwerkt worden. Vervolgens zal in hoofdstuk 3 aan de hand van simulaties bekeken worden hoe experimenten het best opgezet kunnen worden. Daarna volgt in hoofdstuk 4 de beschrijving van een experiment en de daarbij behorende schatting van de elasticiteitsmodulus en de dwarscontractiecoëfficiënt. Tenslotte wordt in hoofdstuk 5 een aantal conclusies getrokken en een aantal aanbevelingen gedaan.



## 2 Het composietmateriaal

### 2.1 Inleiding

Een composietmateriaal bestaat uit twee of meer verschillende materialen. De samenstellende delen behouden altijd hun eigen identiteit; ze lossen niet in elkaar op. Doorgaans kunnen de componenten microscopisch van elkaar worden onderscheiden. Op de grens van de verschillende materialen bevindt zich een interphase, die afwijkende samenstelling en/of eigenschappen heeft.

Bij composieten kunnen de versterkende materialen bestaan uit bolletjes, vlokken, naaldjes en korte of lange (continue) vezels. Voor hoogwaardige toepassingen wordt echter alleen continue vezel als versterking gebruikt. Het doel van deze vezels is het vergroten van de sterkte en de stijfheid van het materiaal. Met name de glasvezelversterkte polyesters worden veelvuldig toegepast. De wat duurdere en technisch betere variant hierop is de vezelversterkte epoxy, deze wordt veelvuldig toegepast in hoogwaardige constructies (lucht- en ruimtevaart) en in de elektronica (printplaten). De matrix zorgt zowel voor de belastingoverdracht tussen de vezels onderling als voor de vormvastheid en de bescherming tegen omgevings- en mechanische invloeden. Vanwege de hoge stijfheidsverhouding tussen vezel en matrix domineert de vezel de mechanische eigenschappen indien een UD-composiet in vezel-richting wordt belast. Bij een transversale belasting is het mechanisch gedrag van de matrix en de mate van hechting tussen vezel en matrix echter maatgevend. Ook op het gebied van duurzaamheid en weerstand (vermoeiing en schadegroei bijvoorbeeld) is de matrix maatgevend voor het composiet.

### 2.2 Gebruikte Materialen

Bij dit onderzoek wordt gebruik gemaakt van continue glasvezelversterkte epoxy. De componenten die hiervoor gebruikt zijn en de manier waarop deze verwerkt worden zullen in deze paragraaf worden beschreven.

Bepalend voor de kwaliteit van de vezel zijn het type materiaal, de diameter en de zogenaamde "finish". De finish is een oppervlaktelaag die zorgt voor een goede hechting tussen vezel en matrix. Tevens doet de finish dienst als smeermiddel en bescherming bij de verwerking van de vezel.

Als vezelmateriaal is glas gekozen omdat het een isotroop materiaalgedrag heeft, waardoor de transversale eigenschappen goed bekend zijn. Glas is een amorf materiaal dat uit een smelt van fijn gemalen silicaten dusdanig snel wordt afgekoeld, dat er geen ordening en groepering van kristallijne groepen plaatsvindt. Het smelten van glas en het trekken van de draden gebeurt bij een temperatuur van ongeveer 1300 °C. Uit een platina houder met enkele honderden gaatjes van  $\pm 2$  mm doorsnede worden glasdraden getrokken met een diameter van 0.007 mm of meer [Handboek Technische Materialen,

1995]. Door chemische toevoegingen kunnen de eigenschappen van het glas beïnvloed worden. De vezel die bij dit onderzoek gebruikt wordt is van zogenaamd E-glas gemaakt.

E-glas is de meest gebruikte glassoort vanwege z'n lage prijs en de aantrekkelijke combinatie van mechanische, chemische, fysische en elektrische eigenschappen. Typische eigenschappen van dit glas zijn een (vrijwel) lineair elastisch gedrag tot breuk bij trekbelasting, met een elasticiteitsmodulus van 73 GPa, een treksterkte van 3,5 GPa en een dichtheid van  $2540 \text{ kgm}^{-3}$ . De hier gebruikte vezel is van het merk Silenka; type 0.84-M28.

Als matrixmateriaal is epoxy gebruikt, een thermoharder waarvan de materiaaleigenschappen beïnvloed kunnen worden door de keuze van hars en/of harder(s) te veranderen. Daarnaast worden de materiaal-eigenschappen ook nog beïnvloed door de gekozen uithardingstemperatuur.

Bij dit onderzoek is gekozen voor een epoxy-systeem dat bestaat uit de volgende componenten:

- ▶ Epikote-827 (Shell): een epoxy-hars gebaseerd op diglycidyl ether van bisphenol-A.
- ▶ DETDA (diethyltoluenediamine, Lonza): een vier-functionele harder.
- ▶ DEA (diethylaniline, Fluka): een twee-functionele harder, >98% chemisch zuiver.

In tabel 1.2 is te zien dat de mengverhouding van de twee harders van invloed is op de materiaaleigenschappen van de epoxy. DETDA is een vier-functionele harder, die crosslinks veroorzaakt. Veel crosslinks zorgen ervoor dat een epoxy-systeem een hoge vernettingsgraad heeft, waardoor het een lage breukrek krijgt. DEA veroorzaakt geen cross-links, dus naarmate de verhouding DETDA/DEA daalt neemt de breukrek ( $\epsilon_b$ ) toe.

DETDA/DEA [g/g]	E [GPa]	$\sigma_{vloei}$ [MPa]	$\epsilon_{vloei}$ [%]	$\epsilon_{breuk}$ [%]
1/0	2.46	-	-	6.0
1/1	2.59	73.0	7.2	8.8
1/2	2.59	70.8	5.7	14
1/4	2.81	69.9	4.7	28
1/8	2.52	65.4	5.2	47
1/16	2.64	65.0	4.6	62
1/64	2.69	65.0	4.7	66

Tabel 2.1 Mechanische eigenschappen van zuiver epoxy-systeem in trekproef bij verschillende verhoudingen van de harders. [Saalbrink, 1994]

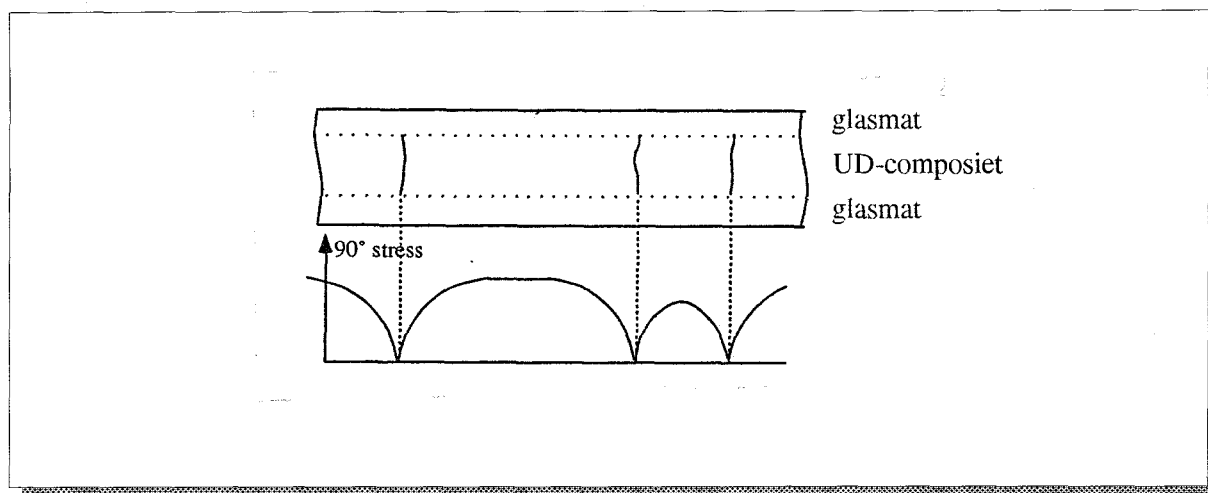
Bij dit onderzoek worden verplaatsingen gemeten, waardoor een taai epoxy-systeem wenselijk is. Daarom is gekozen voor een gewichtsverhouding DETDA/DEA=1/8 gekozen.

Uit de literatuur [Jayaraman, 1993(b)] blijkt dat glasvezelversterkte epoxy een interphase vormt, waarin de vernettingsgraad aanzienlijk hoger is dan in het bulkmatrixmateriaal. Dit is de aanleiding om verderop in dit verslag, bij de modellering in hoofdstuk 3 en 4, uit te gaan van een interphase in plaats van een interface.

### 2.3 Het maken van een composiet

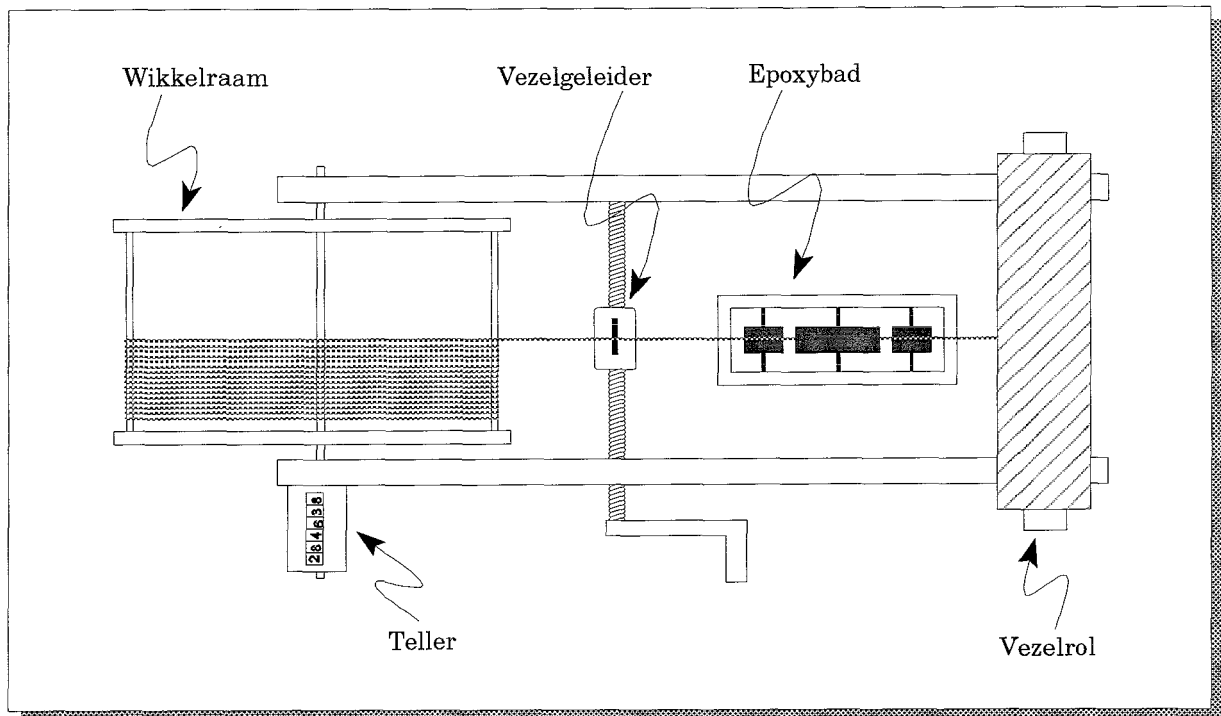
Bij de proeven die in het kader van dit onderzoek gedaan worden zijn unidirectionele (UD) composieten nodig. Deze worden in een trekbank transversaal belast. Om te voorkomen dat een proefstuk bezwijkt zodra er één scheur in het composiet komt, wordt een laminaat gemaakt door een UD-composietplaat aan onder- en bovenzijde te voorzien van een geweven glasmat.

Een scheur in de UD-laag veroorzaakt lokaal een spanningsloze toestand. De twee buitenlagen dragen dan de volledige belasting, maar naarmate de afstand tot de scheur groter wordt gaat de UD-laag ook weer kracht opnemen, waardoor de spanning weer toeneemt tot het niveau waarop een nieuwe scheur ontstaat (zie figuur 2.1). Door de buitenlagen kan het proefstuk dus verder belast worden. Hierdoor wordt het eenvoudiger om op microscopisch niveau een verplaatsingsveld te meten.



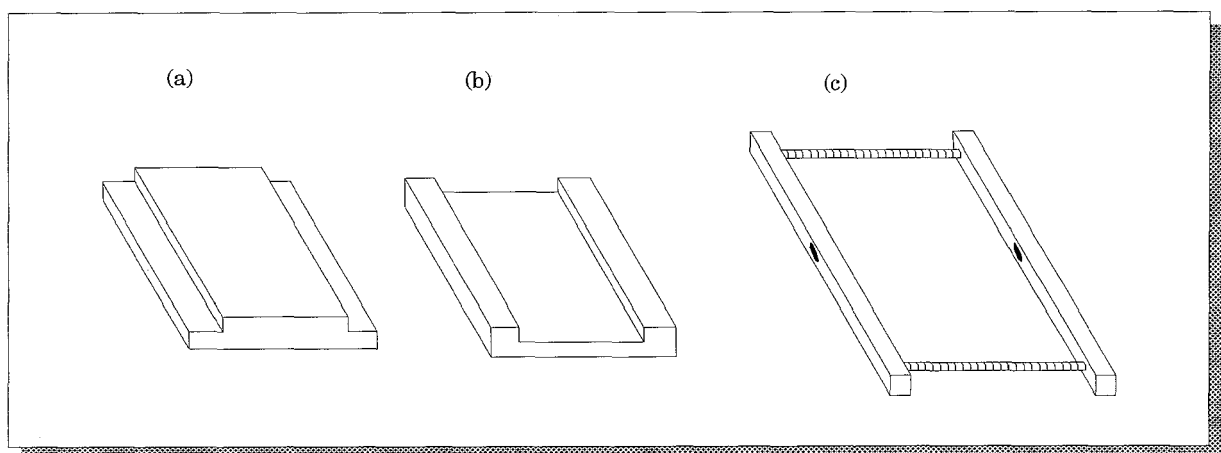
*Figuur 2.1* Weergave van het spanningsverdeling in de transversale laag van een cross-ply laminaat, dat verscheidene transversale scheuren heeft.

UD-composieten kunnen gemaakt worden met behulp van een wikkelbank (filament winding). Een schematische weergave hiervan is te zien in figuur 2.2. Vanaf een vezelrol worden de vezels door een verwarmd bad epoxy gevoerd, waarin drie spreidrollen voor een goede impregnatie van de bundel zorgen. Daarna gaat de bundel door een vezelgeleider, die door een spindel telkens wordt gepositioneerd, zodat de vezels op de juiste plaats parallel aan elkaar rond het wikkelraam (zie figuur 2.3c) komen te liggen. Het wikkelraam wordt met de hand rondgedraaid. Een teller houdt bij hoeveel vezelbundels er om het raamwerk gewikkeld zijn, zodat de hoeveelheid vezels (volumefractie) in het composiet bekend is.



**Figuur 2.2** Schematische weergave van een wikkelbank voor het maken van uni-directionele composieten.

Nadat de gewenste hoeveelheid vezel op het raamwerk is gewikkeld, wordt het raamwerk uit de wikkelbank genomen en gedurende 30 minuten in een vacuümoven geplaatst bij 40 °C en 200 mmHg om de epoxyhars te ontluchten. Hierna wordt het raamwerk op een met epoxy geïmpregneerde geweven glasmal in de ondermal (figuur 2.3b) gelegd. Vervolgens wordt een overmaat epoxy toegevoegd en het geheel afgedekt met een tweede geïmpregneerde glasmal. Daarna worden "spacers" -metalen strippen die ervoor zorgen dat de plaat de juiste dikte krijgt- op de opstaande randen van de ondermal gelegd en wordt de bovenmal (figuur 2.3a) aangebracht. De mal wordt nu in een hete pers gelegd, waarin de epoxy 10 uur uithardt bij een temperatuur van 120 °C en 10 uur nahardt bij een temperatuur van 180 °C.



**Figuur 2.3** Weergave van de tweedelige persmal, bestaande uit een bovenmal (a) en een ondermal (b) en het wikkelraam (c) zoals dat gebruikt wordt in de wikkelbank uit figuur 2.2.

## 3. Het ontwerpen van experimenten

### 3.1 Inleiding

In dit hoofdstuk wordt de gecombineerde experimentele/numerieke methode, toegepast op glasvezel versterkte composieten, nader besproken. Beschreven wordt hoe een goed experiment moet worden uitgevoerd, om de materiaalparameters van de interphase te kunnen bepalen.

Voor de vezel en de matrix zijn de materiaalmodellen, die het mechanische gedrag beschrijven, bekend. Voor de interphase dient hiervoor een keuze gemaakt te worden. Als dit gebeurd is kunnen met behulp van numerieke simulaties experimenten ontworpen worden. Het ontwerpen van experimenten houdt in dat het aantal markers en de positie en “dichtheid” van het markerveld bepaald worden, zodanig dat de relatieve verplaatsingen van de markers tijdens een experiment gebruikt kunnen worden om de onbekende materiaalparameters in het model te bepalen. In het algemeen geldt dat een geschikt experiment een verplaatsings- of rekveld moet opleveren dat voldoende informatie bevat om de gewenste materiaalparameters te kunnen bepalen. Daarnaast moet het numerieke model van het experiment een voldoende nauwkeurige beschrijving zijn van het experiment. In het experiment worden de verplaatsingen aan het oppervlak gemeten. Deze verplaatsingen moeten overeenkomen met de verplaatsingen berekend met behulp van het numerieke model indien alle materiaalparameters bekend zijn.

In de praktijk houdt dit in dat een experiment aan de volgende eisen moet voldoen:

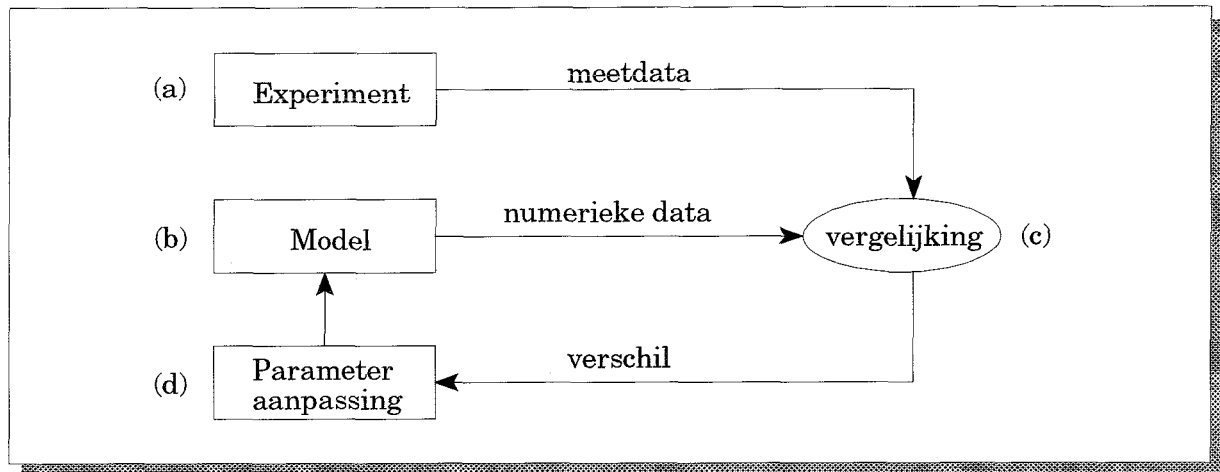
- ▶ De gemeten markerverplaatsingen en de daarbij behorende rekken dienen relevante informatie te bevatten over het materiaalgedrag.
- ▶ Het experiment moet goed te modelleren zijn met behulp van de eindige elementen methode. Hierbij spelen geometrie en randvoorwaarden een belangrijke rol.
- ▶ De gemeten markerverplaatsingen moeten voldoende informatie bevatten, zodat het mogelijk is om de gewenste materiaalparameters van het model te bepalen. [v. Ratingen, 1994]

In paragraaf 3.2 wordt eerst de gecombineerde experimentele/numerieke methode beschreven, waarna verder ingegaan wordt op het numerieke deel van deze methode. Vervolgens wordt het gebruikte model toegelicht. In paragraaf 3.4 wordt gekeken naar de hoeveelheid en positie van de markers, waarna in paragraaf 3.5 de invloed van de randvoorwaarden wordt bekeken.

### 3.2 De experimentele/numerieke methode

De gecombineerde numeriek/experimentele methode bevat drie elementen, te weten: (i) De meting van enkele veldgrootheden, zoals bijvoorbeeld verplaatsingen van materiaalpunten op een proefstuk, (ii) een eindige elementen model van het experiment en (iii) een techniek om de materiaalparameters te bepalen

door middel van het vergelijken van de gemeten grootheden met de berekende data uit het eindige elementen model. Globaal werkt de methode als volgt (zie figuur 3.1): De meetgegevens van het experiment (a) en de uitkomsten van de EEM-analyse van het model (b) worden met elkaar vergeleken (c). Is het verschil hiertussen te groot dan worden de materiaalparameters van het model aangepast (d), waarna het model opnieuw wordt doorgerekend.



*Figuur 3.1* Schematische weergave van de gecombineerde experimentele/numerieke methode.

### 3.2.1 Het experiment

Het experiment dient bij de gecombineerde experimentele/numerieke methode voldoende relevante informatie op te leveren over het materiaalgedrag, zodat met behulp van het numerieke model de materiaalparameters bepaald kunnen worden. Dit wordt bereikt door een verplaatsingsveld in het materiaal te meten. Hiertoe wordt een proefstuk voorzien van markers, waarna het belast wordt. Door de posities van de markers in belaste en onbelaste toestand met elkaar te vergelijken kan een verplaatsingsveld worden verkregen dat voldoende informatie bevat. In hoofdstuk 4 een wordt uitgebreidere beschrijving gegeven van zo'n experiment, dat gebruikt is bij de karakterisering van de interphase.

### 3.2.2 Het Eindige Elementen Model

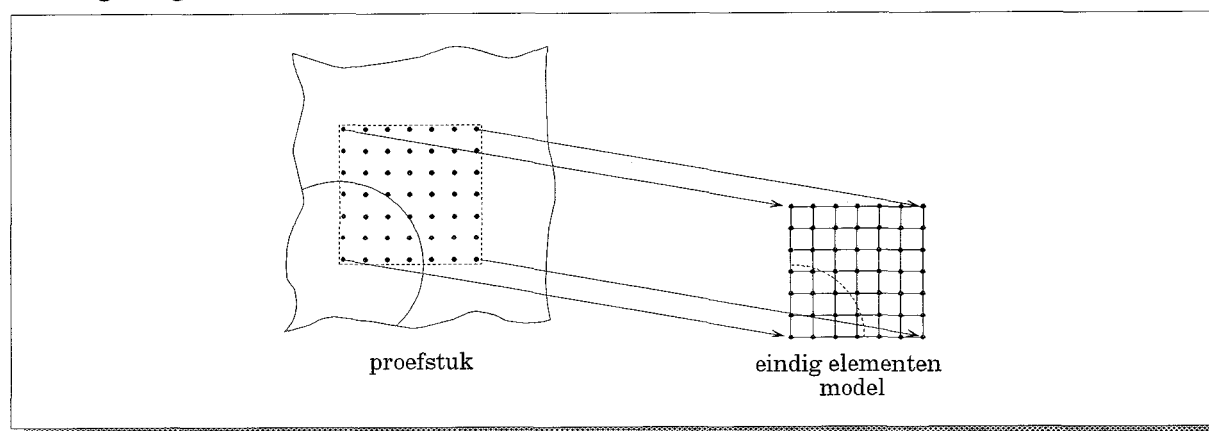
Om materiaalgedrag met behulp van de eindige elementen methode te simuleren zijn twee soorten informatie nodig: (i) een constitutieve relatie die het verband tussen rek en spanning beschrijft en (ii) geometrische en belasting informatie zoals coördinaten van knooppunten en randvoorwaarden. Aangezien bij dit onderzoek de interphase gekarakteriseerd wordt is de constitutieve relatie hiervoor nog niet bekend. Er moet dus een aanname gedaan worden voor de constitutive relatie waarvan de materiaalparameters geschat zullen worden. Ook dienen voor de geometrie van de interphase aannamen gedaan te worden. De overige informatie betreffende geometrie en belasting wordt bij dit onderzoek uit experimenten gehaald. Het is duidelijk dat dit onderzoek zich met name richt op het eerste onderdeel, de constitutieve relatie en dan in het bijzonder op de daarbij behorende materiaalparameters.

Het model dat bij dit onderzoek gebruikt wordt beschrijft drie materialen, met elk een eigen constitutieve relatie. De constitutieve relaties voor de vezel en de matrix zijn bekend, die van de interphase echter niet. Hiervoor wordt in dit verslag isotroop materiaalgedrag aangenomen.

Voor het modelleren van de geometrie en de belasting kunnen twee werkwijzen gevolgd worden:

- (i) De globale benadering, deze maakt gebruik van zowel kinematische als dynamische randvoorwaarden, respectievelijk verplaatsingen en krachten.
- (ii) De lokale benadering, deze maakt enkel gebruik van de kinematische randvoorwaarden (verplaatsingen).

Voor verschillende materialen, zoals bijvoorbeeld biologische weefsels, is het moeilijk om de geometrische grootheden vast te leggen. Bovendien is het moeilijk om voor zowel biologische als technische materialen de randvoorwaarden op de ingeklemde zijden goed te modelleren. Bij inklemmingen kan namelijk slip optreden of, kunnen vezels ervoor zorgen dat slechts een gedeelte van het materiaal de belasting draagt.



*Figuur 3.2* Bij de lokale benadering wordt slechts een deel van het gehele proefstuk gemodelleerd.

Een oplossing voor deze problemen biedt de lokale benadering. Hierbij wordt slechts een gedeelte van het proefstuk gemodelleerd. De buitenste markers worden gebruikt om de randen van het eindige elementen model vast te leggen (figuur 3.2), zodat de geometrie goed gedefinieerd is. De randvoorwaarden in het model zijn gebaseerd op de verplaatsingen van de randmarkers. Bij deze methode is het echter niet mogelijk om de absolute waarde van de stijfheidsparameters te berekenen; er kunnen slechts stijfheidsverhoudingen worden berekend [Hendriks, 1991]. Aangezien de E-modulussen van de vezel en de matrix wel bekend zijn, kan ook de E-modulus van de interphase berekend worden. Bij dit onderzoek is gekozen voor de lokale benadering.

### 3.2.3 Parameterschatten

Het derde onderdeel van de gecombineerde experimentele/numerieke methode is het bepalen van de materiaalparameters met behulp van de eindige elementen methode. Het schatten van de materiaalparameters van de interphase bestaat uit de vergelijking van de experimenteel verkregen verplaatsingen van de binnenmarkers van het markerveld met de numeriek verkregen verplaatsingen. Aan de hand van

deze vergelijking wordt de waarde van de te schatten materiaalparameters aangepast. Om deze materiaalparameters goed te kunnen schatten is een voldoende grote hoeveelheid meetdata noodzakelijk. Deze data worden opgeslagen in een serie kolommen  $y_k$ ,  $k=1, \dots, N$ , waarbij de index  $k$  de belastingstap in het experiment aangeeft. Elke kolom  $y_k = [y_1, \dots, y_m]^T$  bevat de gemeten verplaatsingen van materiaalpunten. De onbekende materiaalparameters  $x_i$ ,  $i=1, \dots, n$ , die het materiaalgedrag kwantificeren zijn opgenomen in kolom  $x$ . Deze kolom kan de materiaalparameters van de interphase, zoals E-modulus en dwarscontractiecoëfficiënt, bevatten.

Een eindig elementen algoritme, gerepresenteerd door de functie  $h_k(x)$ , kan  $y_k$  berekenen als de kolom  $x$  bekend is. Indien er geen meetfouten gemaakt zijn beschrijft de functie  $h_k(x)$  de afhankelijkheid van waarneming  $y_k$  van  $x$ . Rekening houdend met meetfouten  $v_k$ , kan deze afhankelijkheid geschreven worden als:

$$y_k = h_k(x) + v_k \quad (1)$$

Het schatten van de materiaalparameters gebeurt met een algoritme dat de onbekende materiaalparameters  $x$  kan berekenen met de gemeten verplaatsingen  $y_k$ . Het algoritme vereist kennis van de meetfouten en ordegraote van de te schatten materiaalparameters. Het schattingsalgoritme minimaliseert de volgende kwadraten som naar  $x$ :

$$S_k = (y_{k+1} - h_{k+1}(x))^T R_{k+1}^{-1} (y_{k+1} - h_{k+1}(x)) + (\hat{x}_k - x)^T P_k^{-1} (\hat{x}_k - x) \quad (2)$$

De eerste term van de functie  $S_k$  geeft de gewogen som van de afwijkingen in de verplaatsingen weer. De tweede term representeert de gewogen som van het verschil tussen de geschatte waarde en de werkelijke waarde van de materiaalparameters.  $R_{k+1}$  en  $P_k$  zijn covariantie matrices van respectievelijk de waarnemingsfout en de schattingsfout en  $\hat{x}_k$  is een schatting van  $x$  bij belastingstap  $k$ :

$$E\{v_{k+1}\} = 0 \quad ; \quad E\{v_{k+1}v_{k+1}^T\} = R_{k+1} \quad (3)$$

$$E\{\hat{x} - E\{\hat{x}_k\}\} = 0 \quad ; \quad E\{(\hat{x} - E\{\hat{x}_k\})(\hat{x} - E\{\hat{x}_k\})^T\} = P_k \quad (4)$$

$E\{\dots\}$  representeert de verwachtingswaarde. De keuzes voor de weegmatrices  $R_{k+1}$  en  $P_k$  zijn arbitrair en zullen op basis van ervaring en inzicht gemaakt worden.

Het optimaliseringsprobleem dat door vergelijkingen (1) en (2) gedefinieerd wordt, kan iteratief worden opgelost met behulp van het onderstaande schema:

□ parameter update:

$$\hat{x}_{k+1} = \hat{x}_k + K_{k+1}(y_{k+1} - h_{k+1}(\hat{x})) \quad (5)$$

met weegmatrix  $K_{k+1}$ :

$$K_{k+1} = P_k H_{k+1}^T (H_{k+1} P_k H_{k+1}^T + R_{k+1})^{-1} \quad (6)$$



□ covariantie matrix update:

$$\mathbf{P}_{k+1} = (\mathbf{I} - \mathbf{K}_{k+1} \mathbf{H}_{k+1}) \mathbf{P}_k \quad (7)$$

□ initiële waarden:

$$\begin{cases} \hat{x}_0 = \bar{x}_0 \\ \mathbf{P}_0 = \bar{\mathbf{P}}_0 \end{cases} \quad (8)$$

$\mathbf{I}$  is de eenheidsmatrix en de initiële schattingen  $\bar{x}_0$  en  $\bar{\mathbf{P}}_0$  kunnen gebaseerd zijn op resultaten van eerdere experimenten.

Voor de berekening van de  $\mathbf{P}_{k+1}$  en  $\mathbf{K}_{k+1}$  wordt de eventueel niet-lineaire functie  $h_k(x)$  gelineariseerd met:

$$\mathbf{H}_{k+1} = \left( \frac{\partial h_k(x)}{\partial x} \right)_{x = \hat{x}_k} \quad (9)$$

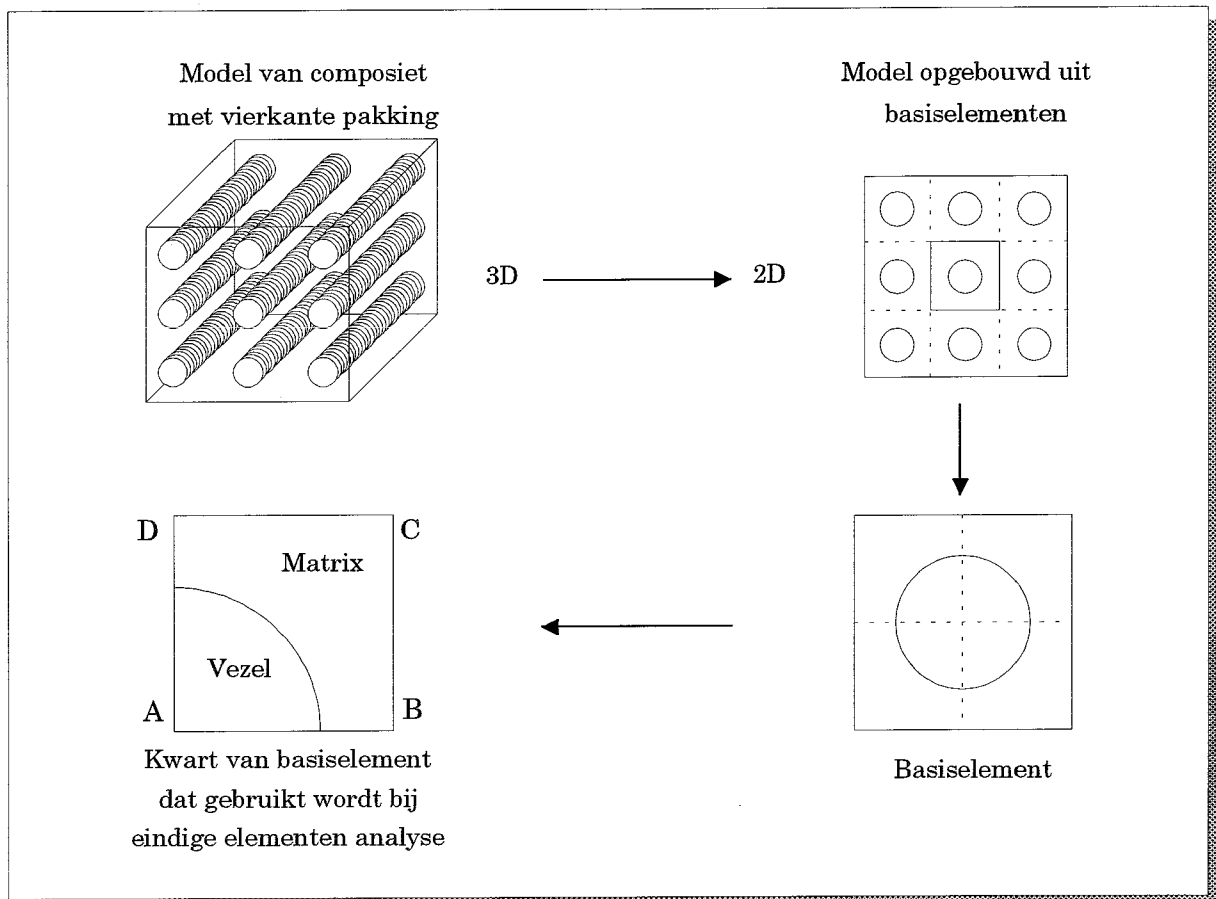
Dit iteratieschema is middels de module Parest geïmplementeerd in het eindige elementenpakket DIANA. In figuur 3.1 wordt Parest gerepresenteerd door de taken (c) en (d).

### 3.3 Het gebruikte model

#### 3.3.1 De geometrie en randvoorwaarden

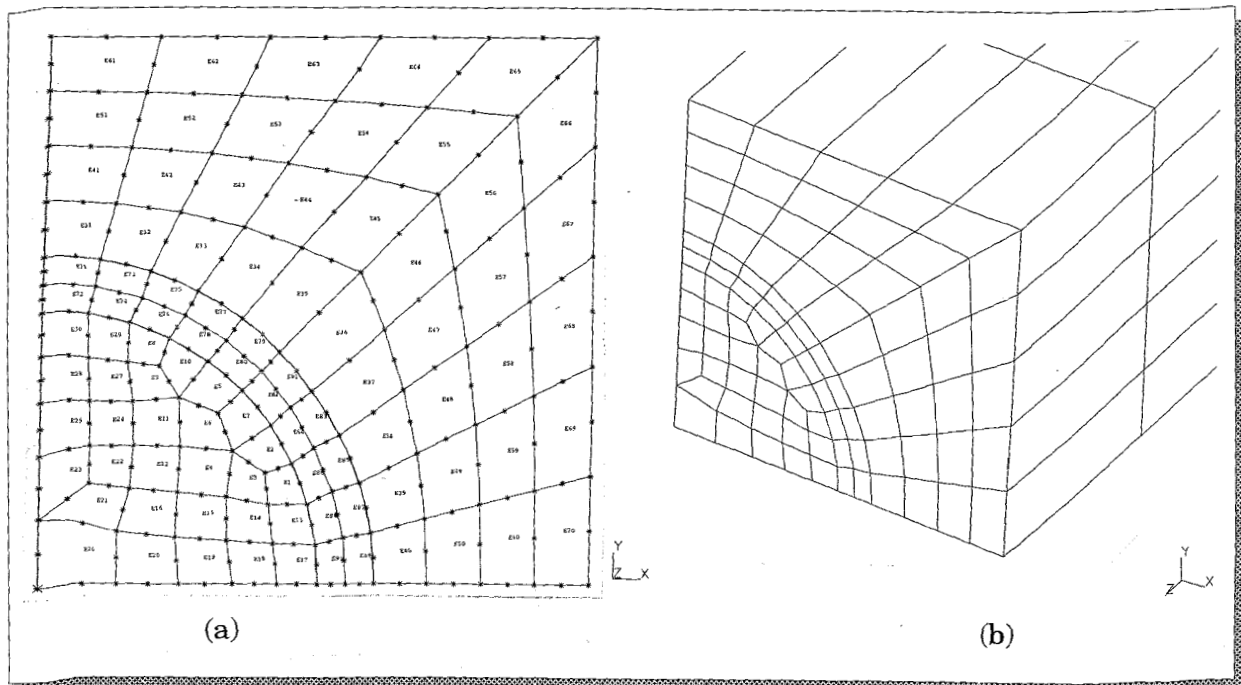
Zoals in paragraaf 3.2.2 aangegeven is maken we gebruik van de lokale benadering. Bij het modelleren van een transversale doorsnede van een composiet wordt in het algemeen gebruik gemaakt een vierkante pakking of van een hexagonale pakking van vezels in een matrix. Ondanks het feit dat in een werkelijk composiet de vezels random verdeeld liggen, gaan deze twee modellen er van uit dat de vezels regelmatig verdeeld in de matrix liggen. Omdat bij dit onderzoek gekozen is voor de lokale benadering is het gebruik van deze modellen niet noodzakelijk. Toch is bij het ontwerpen van de experimenten gekozen voor de vierkante pakking, omdat deze hiervoor goed bruikbaar is. Uitgaande van een periodieke pakking kan een vezel met omringende matrix opgevat worden als een basiselement waarmee het hele composiet kan worden opgebouwd. Op grond van symmetrie is het mogelijk om te volstaan met een model dat slechts een kwart van de vezel beschrijft. Dit leidt natuurlijk tot een flinke reductie van het aantal benodigde elementen, waardoor het model minder rekentijd vergt. Dit modelleringsproces is weergegeven in figuur 3.3. De veronderstelde symmetrie en periodiciteit vereist randvoorwaarden die in het eindige elementen model moeten worden aangebracht:

- ▶ verplaatsing in y-richting is nul op zijde AB
- ▶ verplaatsing in y-richting is constant op zijde DC
- ▶ verplaatsing in x-richting is nul op zijde AD
- ▶ verplaatsing in x-richting is constant op zijde BC



*Figuur 3.3* Het modelleringsproces van een composiet schematisch weergegeven.

De elementverdeling (2D) zoals die gebruikt is bij de simulaties in paragraaf 3.4, is gegenereerd met behulp van de meshgenerator van het softwarepakket IDEAS. De mesh bestaat uit 90 elementen (zie figuur 3.4) die onderverdeeld zijn in drie groepen: de eerste groep (30 elementen) representeert de glasvezel. De tweede groep (40 elementen) beschrijft de matrix en de derde groep (20 elementen) modelleert de interphase. Voor de keuze van het elementtype in paragraaf 3.3.2 is echter ook een 3D-model nodig. Ook hiervan is een deel van de mesh in figuur 3.4 opgenomen.



**Figuur 3.4** De elementverdeling zoals die is gebruikt bij de simulaties ter bepaling van een bruikbaar experiment (a). Het 3D-model (b) heeft aan het oppervlak dezelfde elementenverdeling als het 2D-model.

### 3.3.2 De elementkeuze

De module Parest, zoals die in DIANA is geïmplementeerd, kan niet bij alle elementtypen van DIANA gebruikt worden. Parest is slechts toepasbaar bij gebruik van vierhoekselementen met vier of acht knooppunten per element. Dit heeft als gevolg dat de huidige versie van Parest slechts geschikt is voor twee-dimensionale modellen.

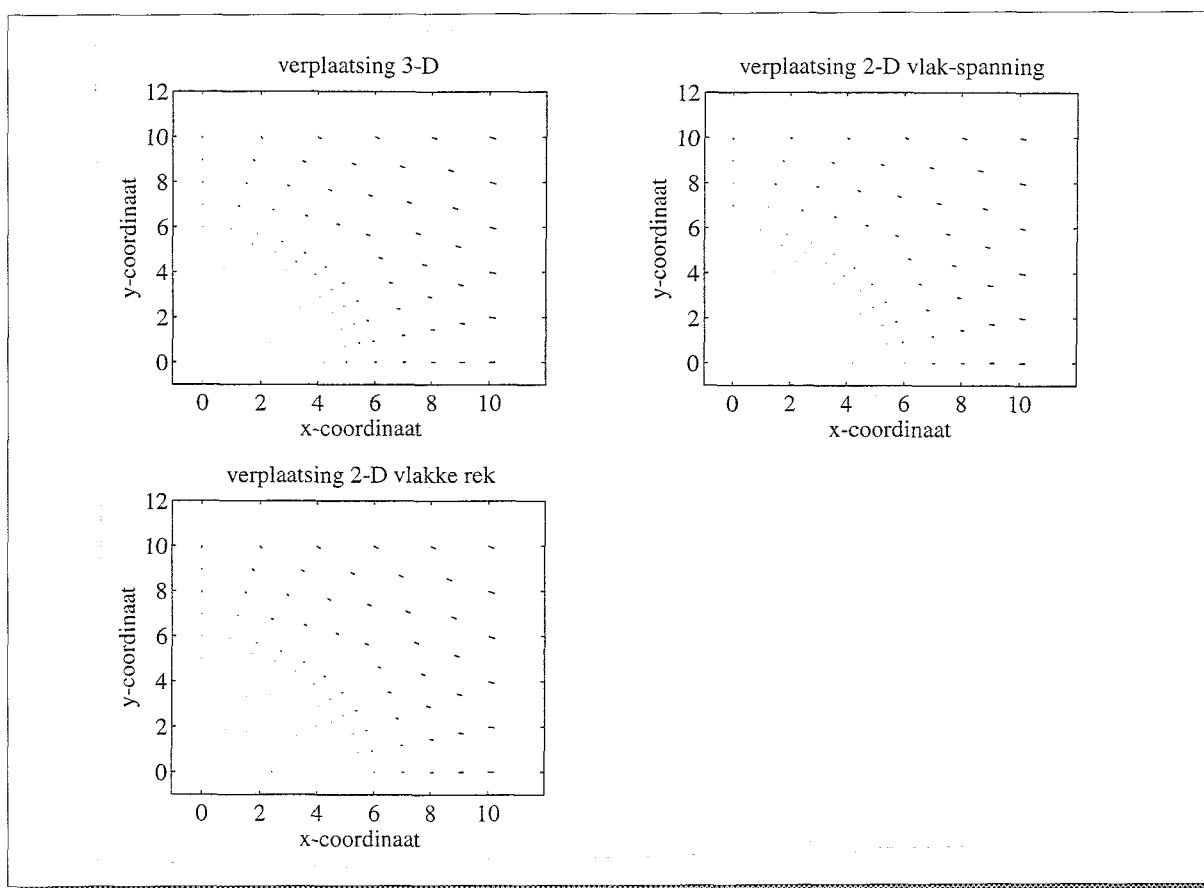
Bij het parameterschatten kan dus alleen gebruik worden gemaakt van een 2D-model. Daarom moet van het experiment een 2D-model gemaakt worden, dat de verplaatsingen aan het oppervlak van het proefstuk zo goed mogelijk beschrijft. Binnen DIANA zijn voor een 2D-model verschillende elementtypen beschikbaar. Voor de keuze van het juiste elementtype worden de verplaatsingen van verschillende 2D-modellen vergeleken met verplaatsingen aan het oppervlak van een 3D-model, waarvan de elementverdeling aan het oppervlak overeenkomt met die van het 2D-model (zie figuur 3.4). Aangenomen wordt dat het 3D-model het experiment goed beschrijft, zodat het als referentie gebruikt kan worden. Bij het juiste 2D-elementtype komen de verplaatsingen overeen met die van het 3D-model.

Voor het 2D-element dient bij dit onderzoek een keuze te worden gemaakt uit een vlakke rek-element en een vlak-spanningselement. Het 2D-model wordt dan ook twee maal doorgerekend; één keer met het vlak-spanningselement en één keer met het vlakke rek-element. Beide keren uiteraard met dezelfde randvoorwaarden. Deze zijn gelijk aan de randvoorwaarden uit de vorige paragraaf, met de volgende aanvullingen:

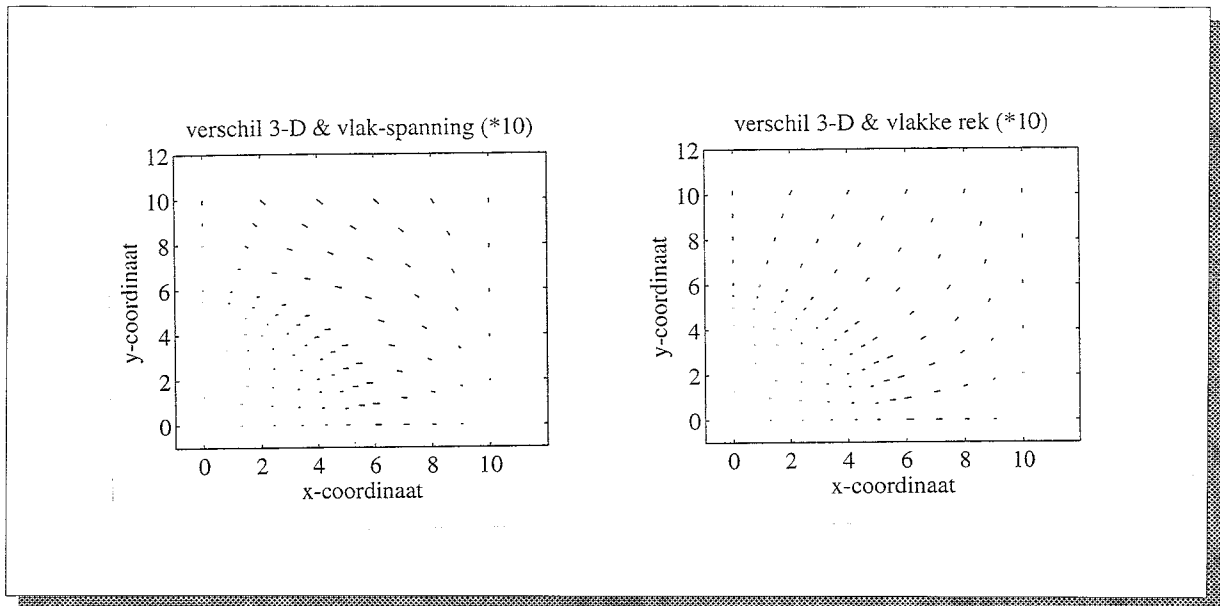
- ▶ verplaatsing in y-richting is constant op zijde DC, met de waarde zoals berekend voor punt D
- ▶ verplaatsing in x-richting is voorgeschreven op zijde BC en heeft een constante waarde  $0,4 \mu\text{m}$

Ook voor het 3D-model werden deze randvoorwaarden gebruikt, met dien verstande dat ze voor het bijbehorende vlak gelden.

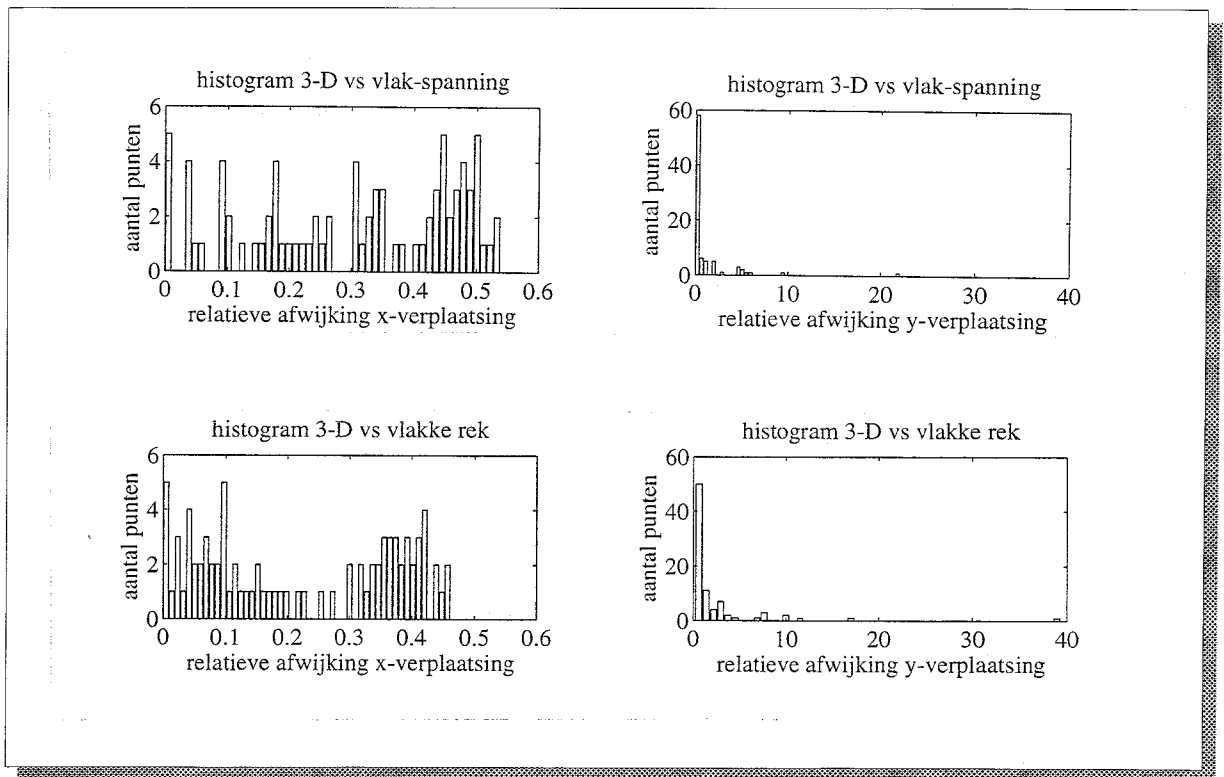
In figuur 3.5 zijn de absolute verplaatsingen van de 3 verschillende modellen weergegeven. Bij vergelijking van de resultaten lijkt er op het eerste gezicht dat er weinig verschil te zijn tussen de absolute verplaatsingen. In figuur 3.6 zijn de absolute verschillen tussen de 2D-modellen en het 3D-model 10 maal vergroot weergegeven. Hier is er wel een duidelijk verschil waarneembaar tussen het vlakspanningsmodel en het vlakke rek model, maar het is op grond van deze figuren echter nog steeds niet goed mogelijk om aan te geven welk elementtype het beste is. Daarom is in figuur 3.7 aangegeven hoeveel relatieve afwijking er in x-richting en y-richting is in de beschouwde knooppunten ten opzichte van het 3D-model. Het blijkt dat beide 2D-modellen de verplaatsing in x-richting van het 3D-model beter benaderen dan de verplaatsing in y-richting. Ook is duidelijk te zien dat het vlakke rek element de x-verplaatsing beter benadert (gemiddelde afwijking 22,1%) dan het vlak-spanningselement (gemiddelde afwijking 30,0%). Voor de y-verplaatsing geldt echter het omgekeerde. Daar heeft het vlakke rek model een gemiddelde afwijking van 230% en het vlak-spanningsmodel een gemiddelde afwijking van 118%. Er is daarom uiteindelijk gekozen voor een vlakke rek element omdat het te analyseren probleem het meest in overeenstemming is met de theorie van de vlakke rek [Schreurs, 1990].



*Figuur 3.5* De knooppuntverplaatsingen van zowel het 3D-model als het vlak-spanningsmodel en het vlakke rek model.



**Figuur 3.6** Vergrootte weergave van het verschil tussen tussen de verplaatsingen in de 2D-modellen en het 3D-model.



**Figuur 3.7** Hier wordt voor beide 2D-modellen weergegeven hoe groot het relatieve verschil in de knooppuntverplaatsing is voor beide richtingen en hoe vaak deze grootte voorkomt.

### 3.4 Bepaling van de markerposities voor een experiment

In deze paragraaf wordt beschreven wat de invloed is van het aantal markers dat gebruikt wordt bij een schatting en van de positie van die markers. Dit gebeurt met behulp van diverse simulaties. Deze bestaan uit vier stappen:

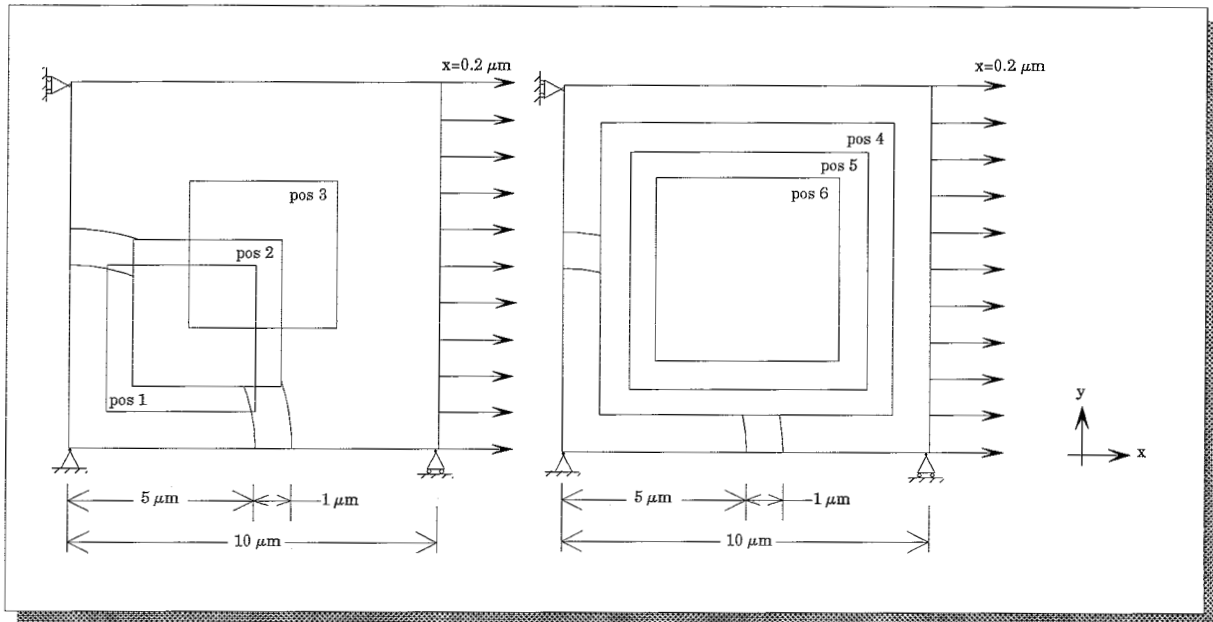
1. Berekenen van de markerverplaatsingen met de “juiste” waarden voor de materiaalparameters.
2. De berekende markerverplaatsingen verstoren met een bepaalde ruis.
3. De invoer aanpassen zodat eronjuiste materiaalparameters inzitten.
4. Met behulp van Parest en de verstoorte verplaatsingen trachten de “juiste” waarden voor de materiaalparameters terug te vinden.

Er zijn diverse simulaties uitgevoerd waarbij zowel de markerdichtheid van het markerveld, als de positie ervan gavarieerd is. De zes gebruikte veldposities zijn weergegeven in figuur 3.8. De afmetingen van de markervelden van de posities 1, 2 en 3 zijn gelijk, namelijk 4 bij 4  $\mu\text{m}$ . De afmetingen bij posities 4, 5 en 6 zijn respectievelijk 5 bij 5, 6.5 bij 6.5 en 8 bij 8  $\mu\text{m}$ . De lokatie van positie 1 is zodanig gekozen dat de informatie met name uit de interphase en de glasvezel komt, positie 2 levert informatie over alle drie de composietdelen en positie 3 levert voornamelijk informatie over de interphase en de matrix. Met de posities 4, 5 en 6 kan worden nagegaan of de grootte van het markerveld van invloed is op de kwaliteit van de schattingen.

Voor elk van deze posities is drie maal een simulatie uitgevoerd waarbij enkel de elasticiteitsmodulus van de interphase geschat wordt; één keer met 25 markers, één keer met 100 markers en één keer met 400 markers. De markers liggen in een vierkante equidistante verdeling in het veld. Bij de simulaties, zijn de volgende instellingen gebruikt:

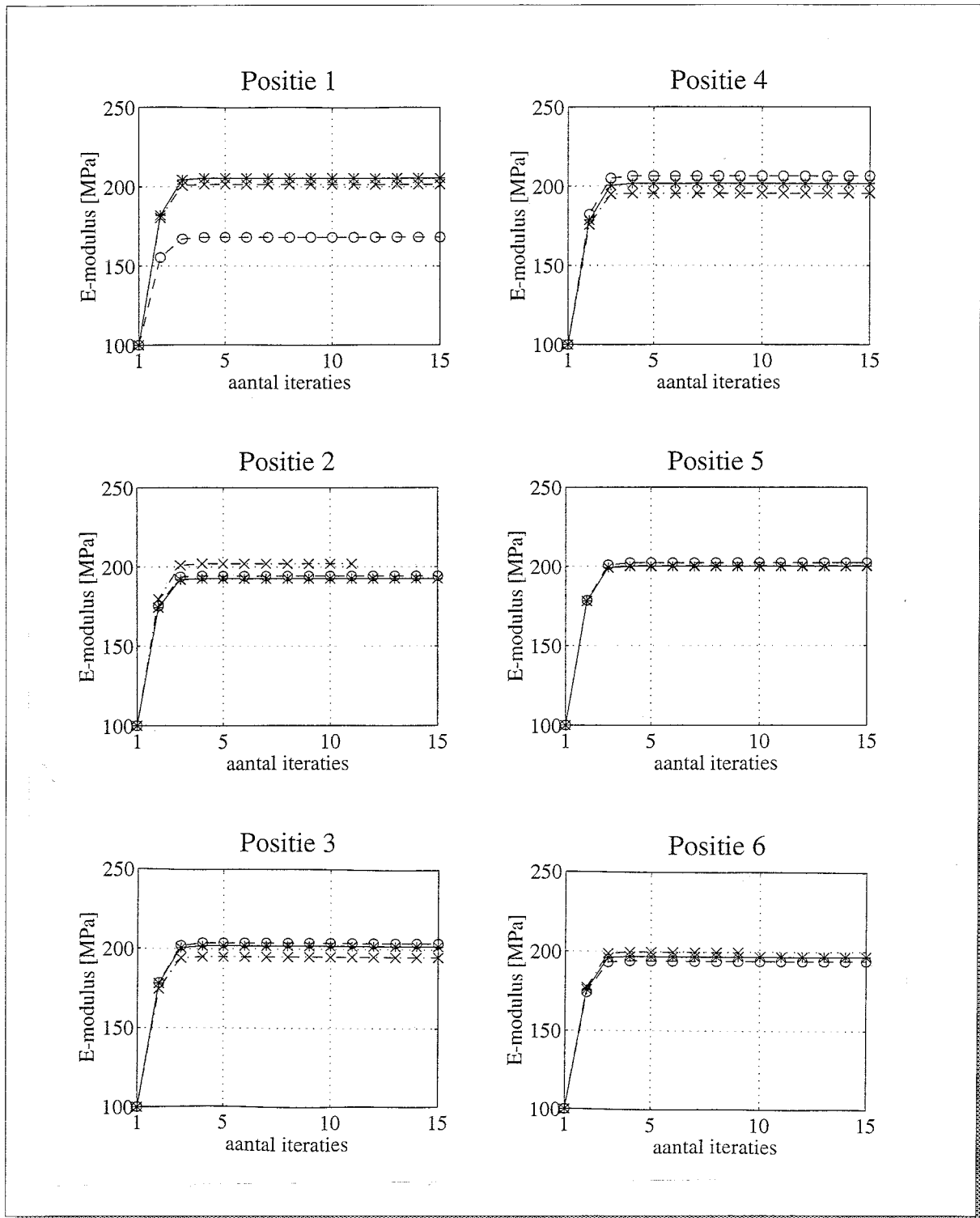
Grootheid	Waarde
Elasticiteitsmodulus (“werkelijk”)	200 [MPa]
Ruis op verplaatsingen	5 %
Elasticiteitsmodulus (initiële schatting)	2000 [MPa]

De randvoorwaarden zijn gelijk aan die uit paragraaf 3.3.2 met uitzondering van de opgelegde verplaatsing, die gehalveerd is tot 0,2  $\mu\text{m}$ .



**Figuur 3.8** Posities van de markervelden zoals gebruikt bij de simulaties.

In figuur 3.9 zijn de resultaten van de simulaties weergegeven. Hierin is voor elke positie aangegeven hoe het schattingsproces verloopt voor de drie verschillende markervelden, door bij elke iteratiestap de waarde van de geschatte E-modulus aan te geven. In verband met de leesbaarheid is initiële schatting (stap 0) niet opgenomen in de grafieken. Uit de figuur valt op te maken dat de hoeveelheid markers bij sommige posities van invloed is op de resultaten bij het schatten. Met name de “5 bij 5-simulaties” leveren soms een slechtere schatting. Over de invloed van de verschillende posities van de markers op de kwaliteit van de schatting valt moeilijk iets te zeggen. Kijken we naar de “5 bij 5-simulaties” dan blijkt dat positie 1 minder geschikt is voor markervelden. Dit zou kunnen liggen aan het feit dat er veel markers in de vezel liggen, waardoor er minder bruikbare informatie beschikbaar is als gevolg van de zeer geringe verplaatsingen. Bij de “5 bij 5-simulaties” is ook gebleken dat de toevalligheid van de ruis die op de verplaatsingen is gezet de resultaten van de schatting negatief kan beïnvloeden. Dit probleem kan worden bestreden door de simulaties meerdere keren te herhalen en het gemiddelde van de resultaten te beschouwen.

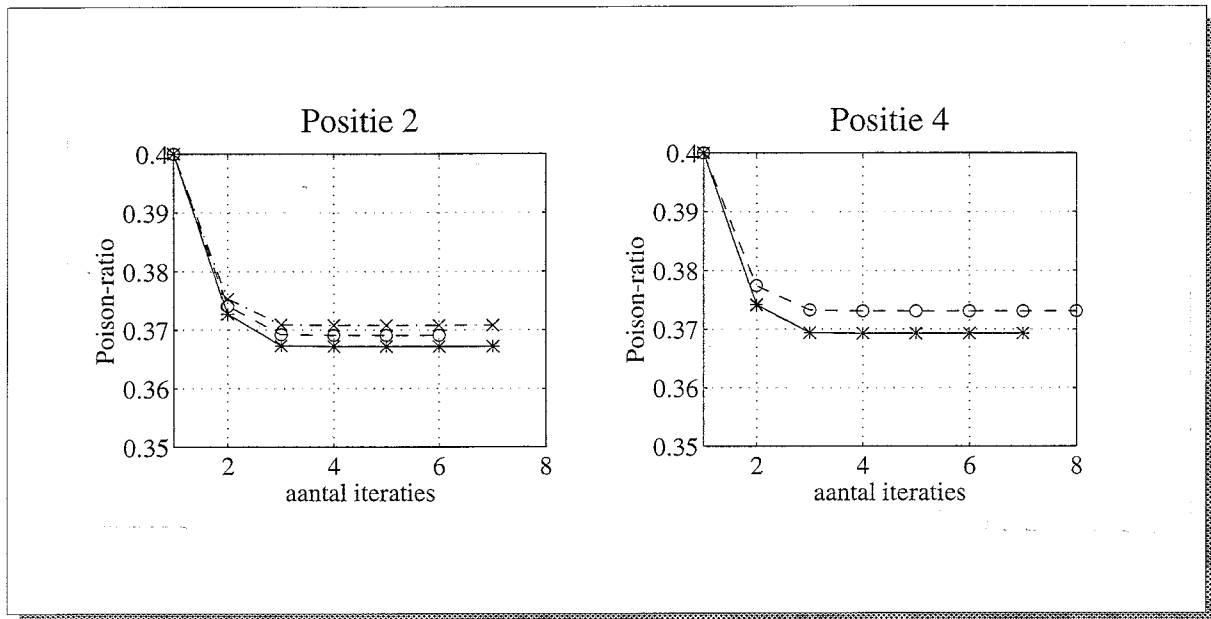


*Figuur 3.9* Het verloop van de schatting van de E-modulus voor de posities 1 tot en met 6.  
 O O=5 bij 5 markers; X X=10 bij 10 markers; X X=20 bij 20 markers

Vervolgens zijn simulaties uitgevoerd waarbij enkel de dwarscontractiecoëfficiënt wordt bepaald. De “juiste” waarde voor de dwarscontractiecoëfficiënt is 0,37 en de initiële schatting hiervoor bedraagt 0,20. Ook bij deze simulaties bedroeg de ruis op de markerverplaatsingen 5%. Uit de resultaten van



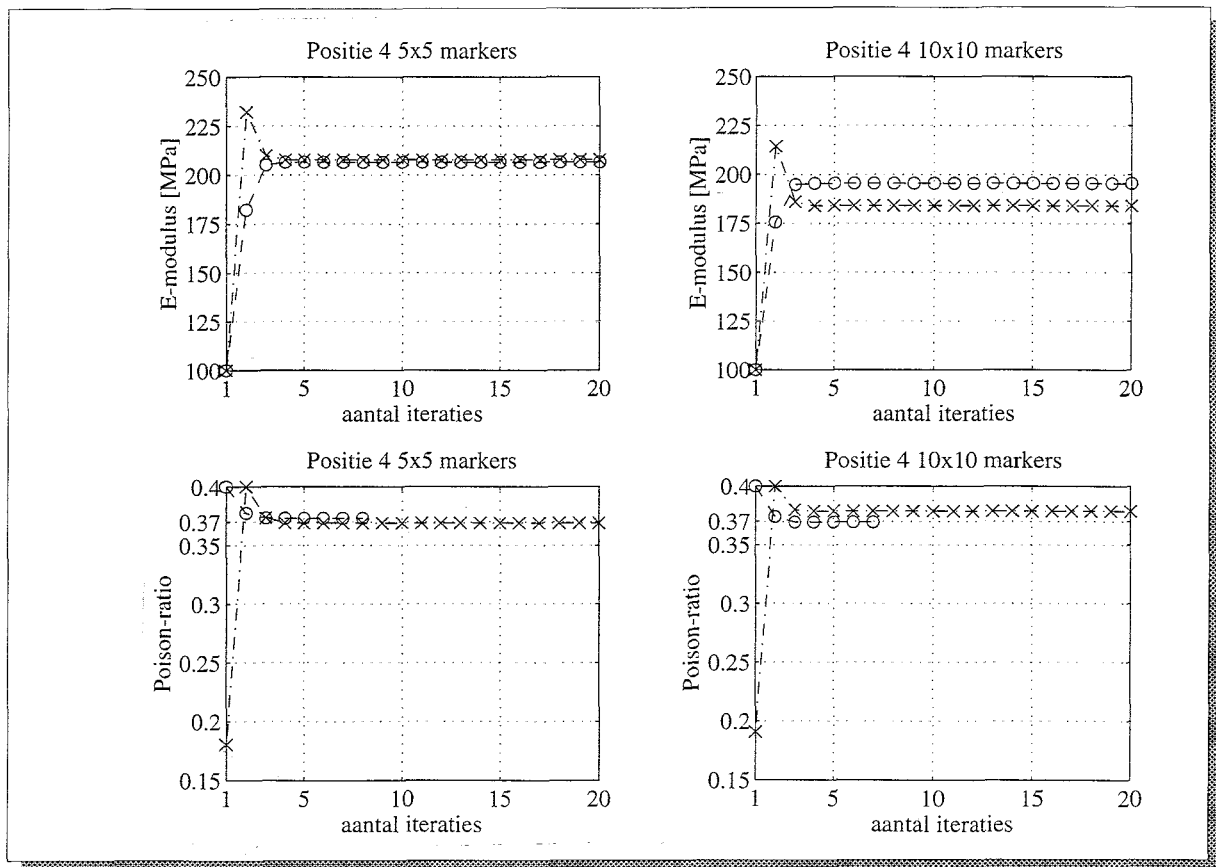
deze schattingen blijkt dat de dwarscontractiecoëfficiënt goed te schatten is, maar deze simulaties bieden geen beter inzicht in de keuze voor positie en markeraantal. De resultaten hiervan zijn niet allemaal in dit verslag opgenomen maar een representatieve weergave hiervan is te zien in figuur 3.10. Hierin is de geschatte waarde van de dwarscontractiecoëfficiënt uitgezet tegen de iteratiestap. Ook hier is de initiële schatting (0,20) niet in de grafiek opgenomen.



*Figuur 3.10* Verloop van de schatting van de dwarscontractiecoëfficiënt bij posities 2 en 4.  
 O O = 5 bij 5 markers; X X = 10 bij 10 markers; X X = 20 bij 20 markers

Uit de simulaties kan geconcludeerd worden dat een 5 bij 5 markerveld voldoende informatie kan opleveren voor het schatten van materiaalparameters, mits het op een goede positie is aangebracht. Bij deze simulaties blijkt dat de posities 2 tot en met 6 weinig verschil in resultaten geven. Een keuze voor één van deze posities zal dan ook gemaakt worden op grond van voorkeuren, die voortvloeien uit de experimenten.

Vervolgens zijn deze simulaties gecombineerd zodat er twee materiaalparameters tegelijkertijd worden geschat. De resultaten hiervan (zie figuur 3.11) geven aan dat het schatten van meerdere materiaalparameters in één simulatie langzamer convergeert en een minder nauwkeurig resultaat geeft dan het schatten van slechts één materiaalparameter. Ook voor deze simulaties zijn niet alle resultaten hier weergegeven, maar slechts de resultaten van positie 4 met met 5 bij 5 en 10 bij 10 markervelden.



**Figuur 3.11** Vergelijking van de resultaten bij het schatten van één en het schatten van twee materiaalparameters op positie 4.  
 O O = één materiaalparameter; X X = twee materiaalparameters

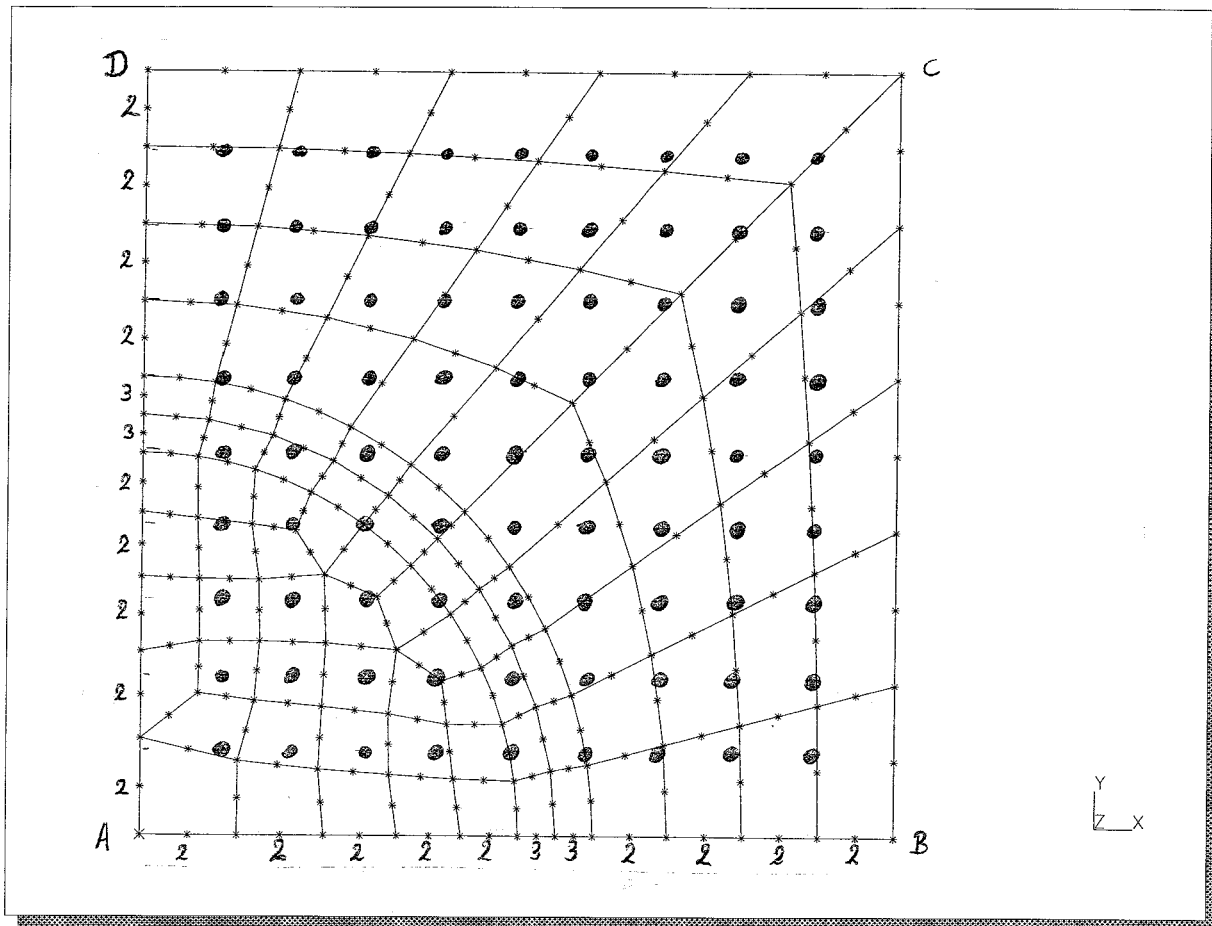
### 3.5 De randvoorwaarden nader bekeken

Het modelleren van de experimenten geschiedt in dit onderzoek met behulp van de lokale benadering. In paragraaf 3.2.2 is aangegeven dat dan de geometrie van het model bepaald wordt door de positie van de randmarkers. Tevens worden deze randmarkers gebruikt als randvoorwaarden. Om de materiaalparameters van de interphase goed te kunnen schatten is een behoorlijk aantal elementen nodig, ook aan de randen. Om de randvoorwaarden van deze elementen goed te beschrijven is voor elke randknoop een marker nodig. Het aanbrengen van markers is echter een tijdrovend karwei (ongeveer 2 minuten per marker) en de vraag is dan ook of eventueel ook met minder voorgeschreven knopen tot een goede schatting van materiaalparameters bereikt kan worden.

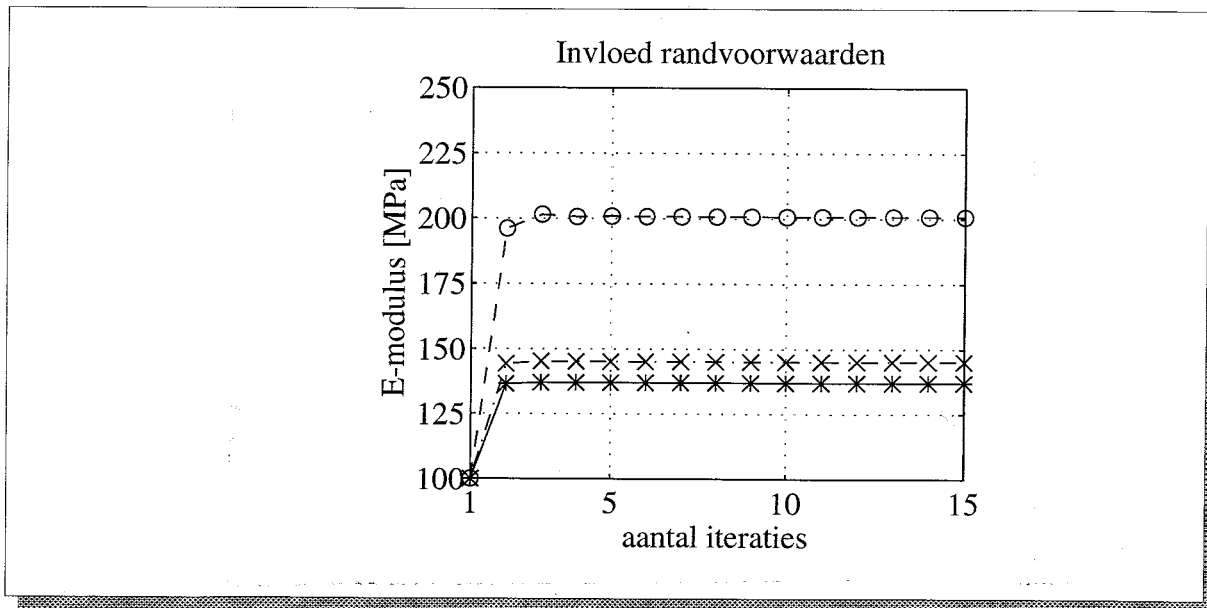
Om deze vraag te kunnen beantwoorden worden een aantal simulaties uitgevoerd, waarbij gevarieerd wordt in het aantal markers op de rand gevarieerd wordt. Voor de eerste simulatie uitgevoerd kan worden moeten er markerverplaatsingen berekend worden. Hiertoe wordt "binnen" de mesh een 9 bij 9 markerveld gelegd en wordt op alle randknoopen een marker gedefinieerd (zie figuur 3.12). Voor de E-modulus van de interphase geldt  $E=200$  MPa. De gebruikte randvoorwaarden zijn:

ZIJDE	X-VERPLAATSING	Y-VERPLAATSING
AB	vrij	0
BC	0,2 $\mu\text{m}$	vrij
AD	0	vrij
CD	vrij	vrij

Op de berekende markerverplaatsingen is vervolgens 5% ruis gezet. Deze 'verstoorde' markerverplaatsingen zijn vervolgens gebruikt bij de simulaties voor het schatten van de E-modulus van de interphase. Bij de eerste simulatie zijn alle randmarkers gebruikt als randvoorwaarden met uitzondering van punt A dat volledig ingeklemd is. Als initiële schatting voor de E-modulus is 800 MPa gebruikt. Het resultaat van deze simulatie is te zien in figuur 3.13. Bij de tweede simulatie zijn een aantal markers buiten beschouwing gelaten. Het betreft de randmarkers van zijden AB en AD die op het middenknooppunt van het element liggen (in figuur 3.12 aangeduid met een 2), uitgezonderd de markers op de interphase-elementen. Deze middenknooppunten zijn vrijgelaten in zowel x- als y-richting. De overige randvoorwaarden zijn identiek aan die van simulatie 1. Ook hiervan zijn de resultaten te zien in figuur 3.13. Vervolgens is bij de derde simulatie ook het aantal randmarkers op de interphase verminderd. De markers die bij deze simulatie buiten beschouwing zijn gelaten zijn in figuur 3.12 aangegeven met een 2 of een 3. Er zijn dezelfde randvoorwaarden gebruikt als bij simulatie 2, met dien verstande dat er vier vrije knooppunten zijn bijgekomen. Het resultaat van deze laatste simulatie is ook te zien in figuur 3.13. Figuur 3.13 maakt duidelijk dat het belangrijk is de randen zo goed mogelijk te beschrijven, omdat anders de resultaten van de schattingen onbruikbaar zijn. Een voldoende aantal markers op de juiste positie aanbrengen zal in de praktijk een groot probleem opleveren. Het goed beschrijven van de randknooppunten zal dus via interpolatie moeten gebeuren.



Figuur 3.12 Weergave van de posities van de markers (randknopen en ●), zoals die bij de simulaties in deze paragraaf zijn gebruikt.



Figuur 3.13 Verloop van de schatting van de E-modulus bij verschillende randvoorwaarden. O O = simulatie 1; X X = simulatie 2; X X = simulatie 3

## 4. Karakterisering van de interphase met de experimentele/numerieke methode

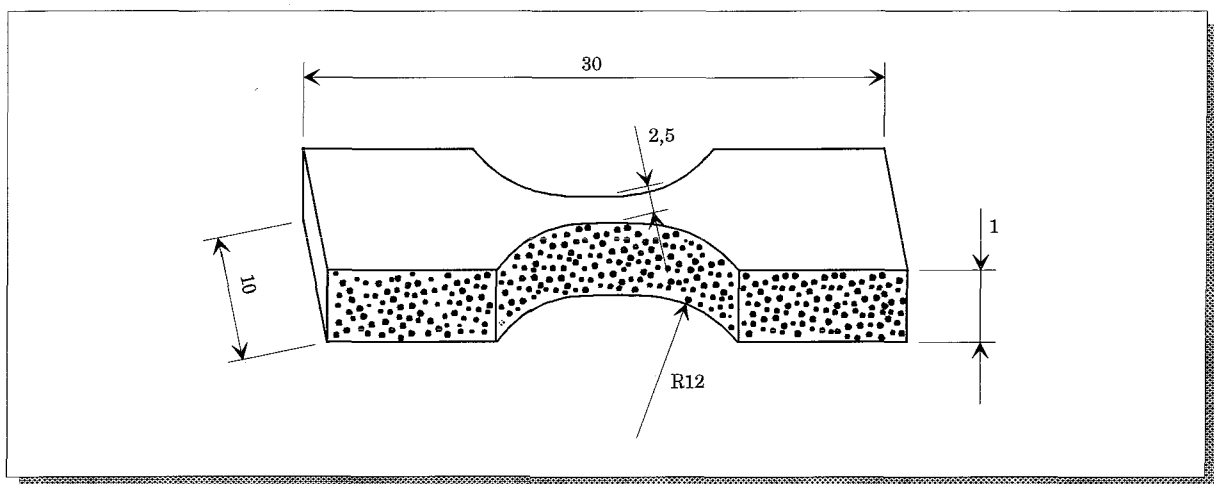
### 4.1 Inleiding

In dit hoofdstuk worden alle onderdelen van de gecombineerde experimentele/numerieke methode beschreven via de karakterisering van de interphase van de composietplaat, die in hoofdstuk 2 is beschreven.

Eerst wordt het prepareren van de composietplaat voor een transversale trekproef beschreven. Vervolgens wordt aangegeven hoe met behulp van een elektronen microscoop een markerveld op het composiet wordt aangebracht en het experiment wordt uitgevoerd. Daarna wordt gekeken naar de resultaten van de trekproef. In paragraaf 4.4 tenslotte, wordt aangegeven welk numeriek model is gebruikt bij het schatten van de E-modulus van de interphase en het resultaat dat daarmee bereikt is.

### 4.2 Het prepareren van proefstukken

Uit een composietplaat, zoals in hoofdstuk 2 is beschreven, worden met een diamantzaag proefstukken gezaagd. Deze proefstukken hebben een lengte van 30 mm en aan de uiteinden een breedte van 10 mm (zie figuur 4.1). De dikte van het proefstuk is 1 mm. Omdat de metingen in de elektronen microscoop plaatsvinden is het van belang het gebied waar vervormingen optreden zo klein mogelijk te maken. Daartoe wordt in het midden een verjonging gemaakt met een speciale schuurmachine.



*Figuur 4.1* Schematische weergave van de geometrie van de gebruikte trekstaven. De maten zijn weergegeven in millimeters.

Om goede opnamen te kunnen maken, dient het te beschouwen transversale vlak volkomen schoon en krasvrij te zijn. Daarom wordt het verjongde gedeelte achtereenvolgens geschuurd met korrel 400, 800,

1200 en 4000. Daarna wordt het in twee stappen gepolijst; de eerste stap met een polijstpasta van  $6\ \mu\text{m}$ , de tweede stap met polijstpasta van  $1\ \mu\text{m}$ . Tussen elke schuur- en polijststap wordt het proefstuk gereinigd in een trilbad.

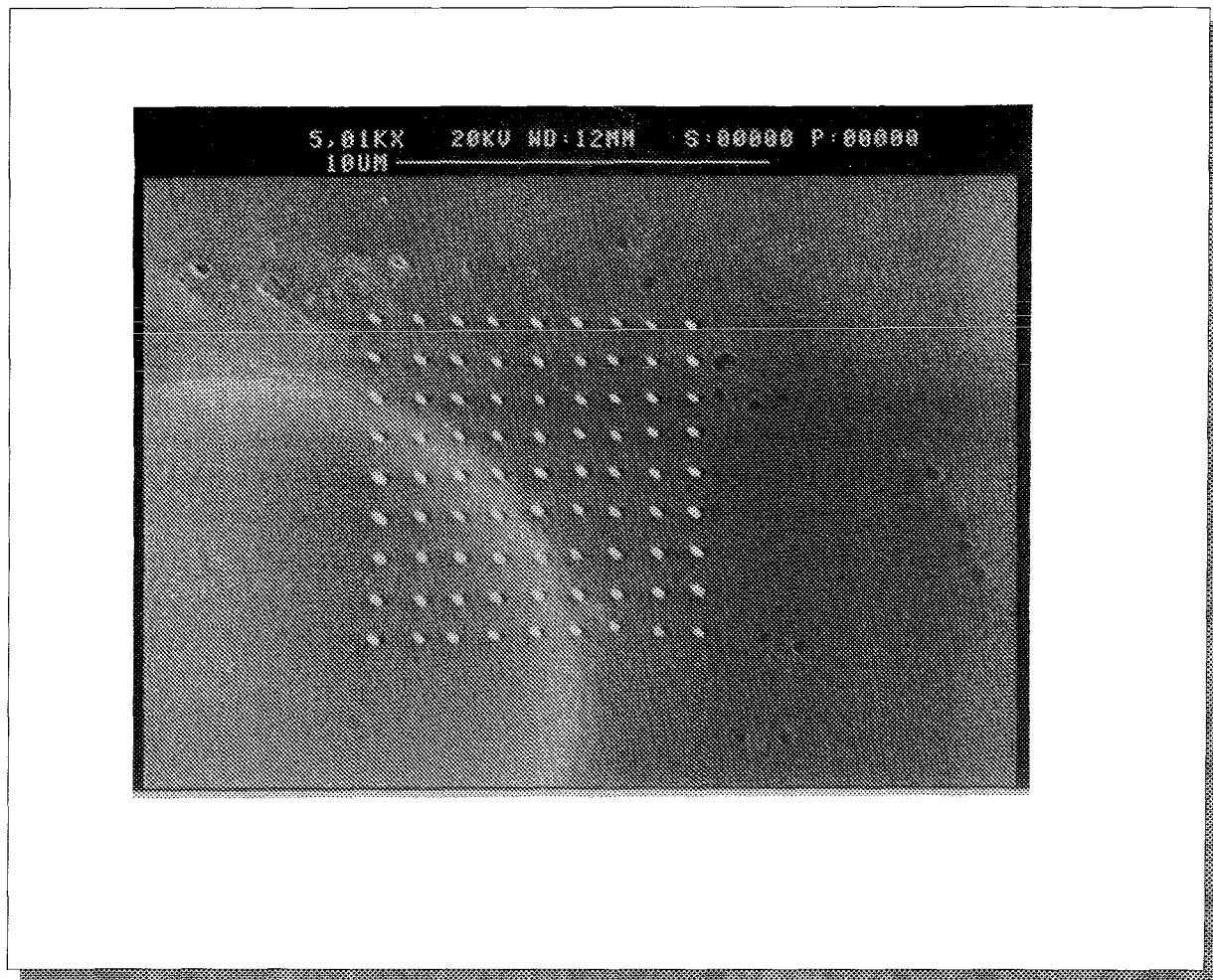
Ook de transversale kant die niet bekeken wordt, dient krasvrij te zijn omdat krassen aan de rand leiden tot spanningsconcentraties waardoor het proefstuk vroegtijdig kan bezwijken. Daarom wordt ook deze kant geschuurd en wel tot korrel 1200.

Vervolgens wordt de trekstaaf op het te beschouwen oppervlak voorzien van een 60:40 goud-palladium coating. Deze elektrisch geleidende laag wordt aangebracht om de electronen die door de SEM op het oppervlak van het proefstuk gestraald worden af te voeren. De dikte  $\sim 100\ \text{\AA}$  van deze laag wordt zo klein mogelijk gehouden omdat een dikkere laag sneller opbreekt bij belasting.

### 4.3 Het experiment

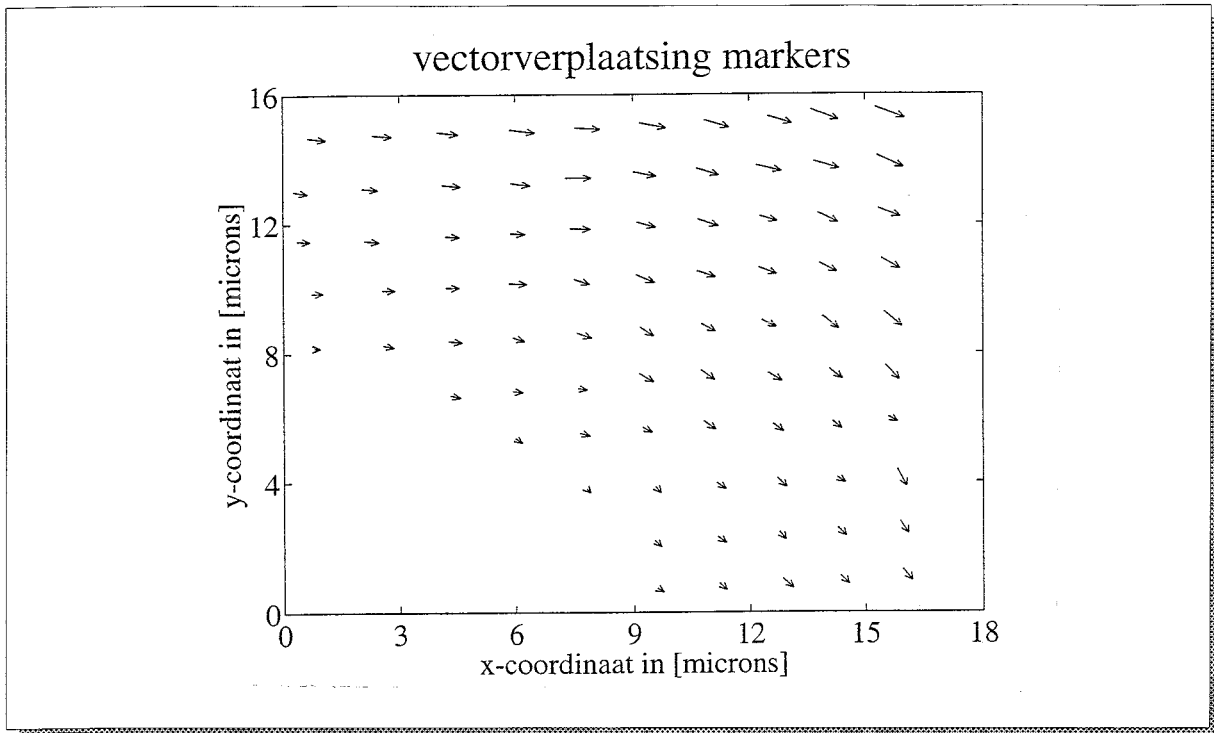
Bij de gecombineerde experimentele/numerieke methode worden experimenteel gemeten verplaatsingen vergeleken met verplaatsingen die via een numerieke analyse verkregen zijn. Het doel van het experiment is het meten van een verplaatsingsveld, dat voldoende informatie levert om de eigenschappen van de interphase te kunnen fitten. Met name de verplaatsingen in en rond de interphase zijn bij dit onderzoek van groot belang.

Bij de experimenten in dit onderzoek worden de verplaatsingen aan het oppervlak van een proefstuk gemeten met behulp van markers die op het materiaal zijn aangebracht. Door de posities van de markers in belaste toestand te vergelijken met die van de onbelaste toestand, wordt het verplaatsingsveld bepaald. De markers worden met behulp van een SEM aangebracht, en wel als volgt: door de SEM in de "spot-mode" te gebruiken wordt de electronenbundel op één plaats van het proefstuk stilgezet. Afhankelijk van de instellingen van de SEM kunnen er gaten in de goud-palladium laag gebrand worden, of kunnen er op het proefstuk "raised-dots" aangebracht worden door gebruik te maken van de vervuiling van de SEM. Bij dit onderzoek is gekozen voor "raised-dots" omdat deze een kleinere diameter ( $0,2\ \mu\text{m}$ ) hebben dan de gaten.[Corleto, 1995; Meurs, 1995] Met behulp van deze techniek is het mogelijk om in de buurt van een interphase een voldoende aantal markers aan te brengen (zie figuur 4.2). Aangezien het hier beschreven experiment een pilot-meting betreft, is in plaats van een 5 bij 5 markerveld een veld van 10 bij 10 markers aangebracht op een deel van de vezel met aangrenzende matrix.

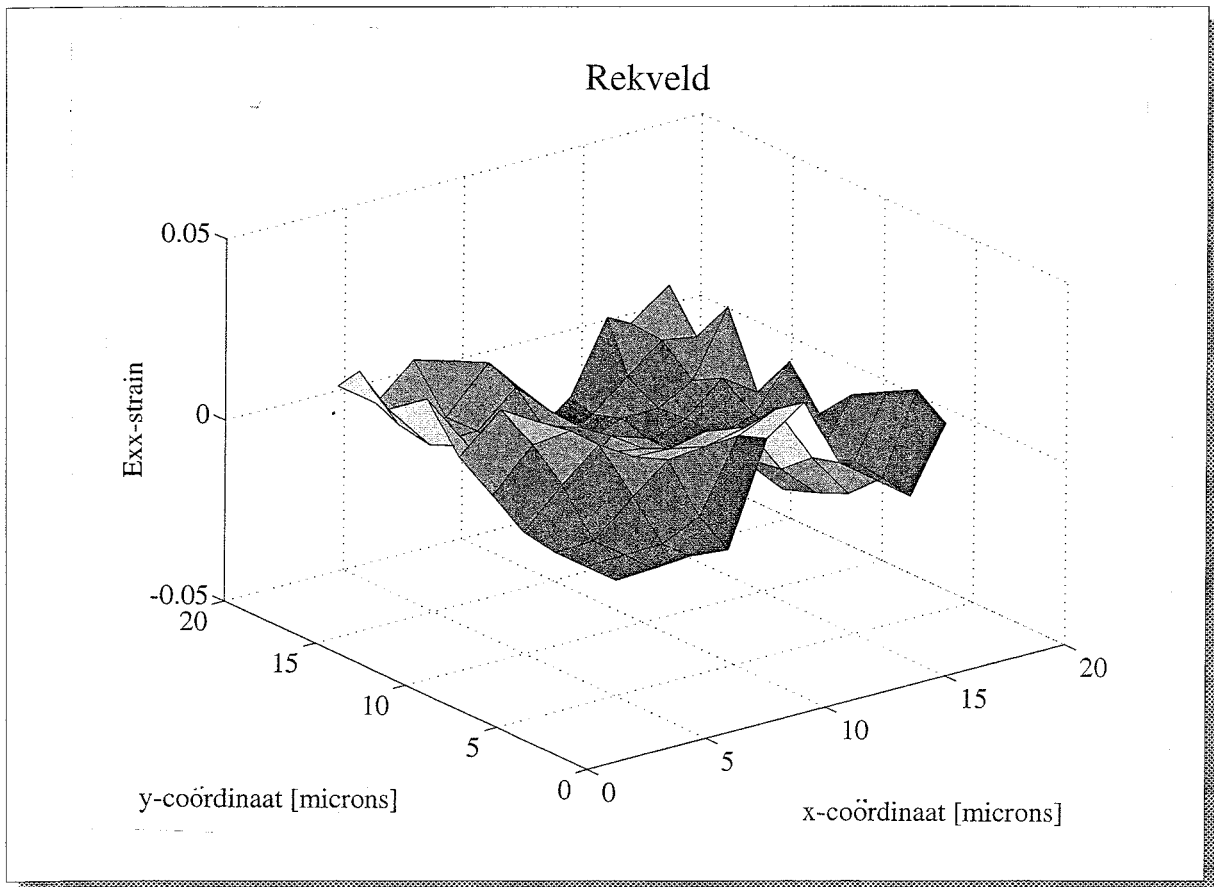


*Figuur 4.2* Foto van markerveld rond een interphase in onbelaste toestand.

Als het proefstuk is voorzien van markers kan het eigenlijke experiment worden uitgevoerd. Een transversale trekproef wordt uitgevoerd met behulp van een speciaal hiervoor door de CTD van de TUE ontworpen en gebouwde trekbank, die in de SEM gezet kan worden. De trekproef wordt uitgevoerd met een voorgeschreven treksnelheid van 0,05 [mm/min]. Vergelijking van de markerposities in belaste en onbelaste toestand levert het verplaatsingsveld op dat in figuur 4.3 is weergegeven. In deze figuur zijn de verplaatsingen met een factor twee vergroot. Te zien is dat, zoals verwacht, de verplaatsingen in de glasvezel nagenoeg nul zijn (linksonder in figuur 4.3) en dat de verplaatsingen in de matrix het grootst zijn. Uit dit verplaatsingsveld kan een rekveld berekend worden wat inzicht kan geven in de E-modulussen in het materiaal. In figuur 4.4 is het rekveld voor de x-richting weergegeven. Opvallend is de sterk stijgende rek in de interphase, wat duidt op een lagere E-modulus.



*Figuur 4.3* Het verplaatsingsveld zoals dat met behulp van de foto's van het markerveld is berekend. De verplaatsingen zijn hier twee maal vergroot weergegeven.



*Figuur 4.4* Weergave van het rekveld gebaseerd op de verplaatsing van de markers.

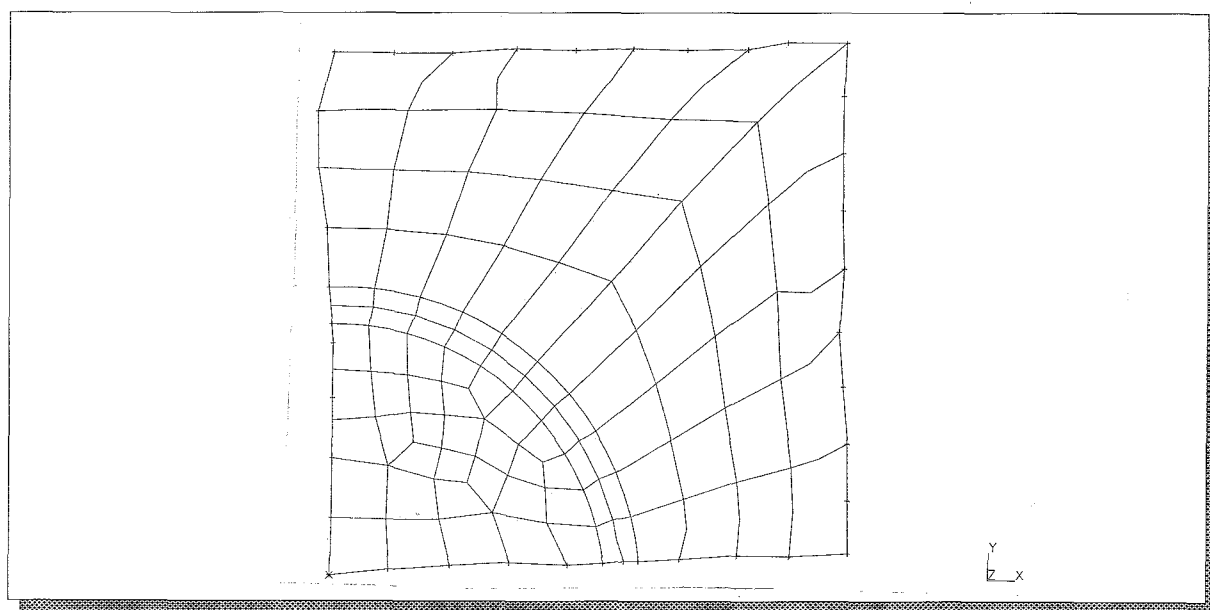


## 4.4 Bepaling van de E-modulus

Voor het bepalen van de E-modulus van de interphase is een EEM-model nodig. De geometrie van dit model wordt gemaakt aan de hand van de oorspronkelijke posities van de randmarkers. Op basis van deze markers wordt in IDEAS de contour van de mesh getekend. Aan de hand van de foto uit de SEM worden vervolgens de grootte en positie van de glasvezel bepaald en ingevoerd. Daar tegenaan wordt vervolgens een interphase van één micron dik gemodelleerd. Het overgebleven gebied representeert de bulk-matrix. Dit leidt tot de mesh die in figuur 4.5 is weergegeven. Deze mesh bestaat uit drie materiaalgroepen; glas, interphase en matrix. Van het glas en de matrix is bekend dat zij isotroop materiaalgedrag hebben, voor de interphase wordt dit aangenomen.

De gebruikte materiaalparameters zijn in de onderstaande tabel opgenomen.

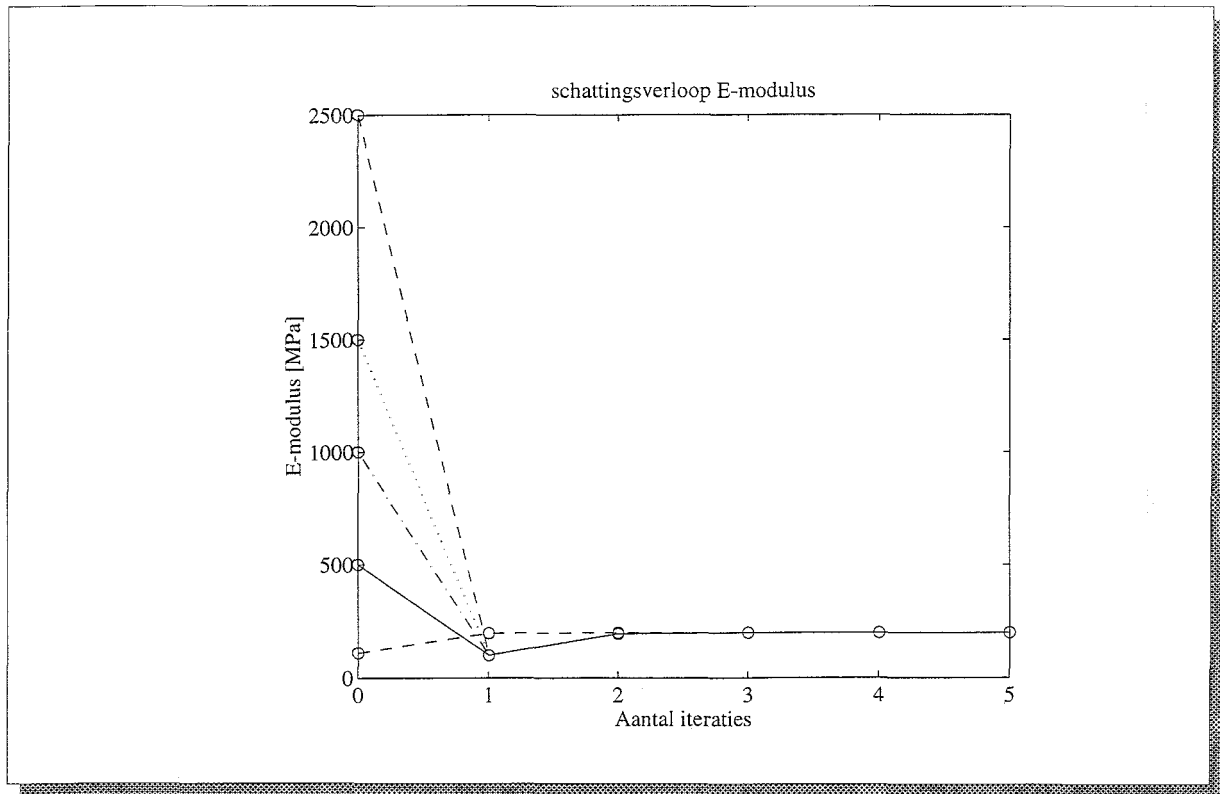
Materiaalgroep	E-modulus	Poison-ratio ( $\nu$ )
glas	70 [GPa]	0.22
interphase (initiële schatting)	0,1 tot 2.5 [GPa]	0.37
bulkmatrix	2.52 [GPa]	0.37



*Figuur 4.5* Elementverdeling zoals die is gebruikt bij het schatten van de E-modulus van de interphase aan de hand van gemeten markerverplaatsingen.

De verplaatsingen van de randmarkers met uitzondering van de randmarker linksonder in de glasvezel leveren de kinematische randvoorwaarden. Voor het punt linksonder wordt zowel de x- als de y-verplaatsing onderdrukt. De verplaatsingen van de binnenmarkers worden in de module Parest gebruikt om het numerieke model op het experiment te fitten. Er is, net als bij de simulaties in hoofdstuk 3, gekozen voor een kwadratisch vlakke rek-element. De E-modulus van de interphase is gefit voor vijf verschillende initiële schattingen voor de E-modulus. In alle vijf de gevallen convergeert Parest naar

dezelfde waarde (200 MPa) binnen drie iteraties. Op grond van figuur 4.4 werd een lagere E-modulus dan  $E_m$  verwacht, maar het is toch opvallend dat de geschatte waarde van de E-modulus voor de interphase nog geen 10% is van de waarde van de bulkmatrix. Het resultaat van deze schattingen is te zien in figuur 4.6.



**Figuur 4.6** Verloop van de schattingen van de E-modulus van de interphase met verschillende startwaarden.

Deze zeer lage waarde kan veroorzaakt worden door zowel fouten in het experimentele deel als in het numerieke deel van de methode. Bij het experiment is met name de meting van de markerverplaatsingen foutgevoelig, doordat foto's van de SEM-beelden gemaakt worden. Deze foto's worden daarna vergroot op een kopieermachine. De verplaatsingen worden uiteindelijk bepaald door twee vergrootte foto's op elkaar te leggen en met een lineaal de markerverplaatsingen te meten. Dit hele meetproces kan nauwkeuriger worden uitgevoerd door de beelden van de SEM direct digitaal op te slaan en met een beeldanalyse-systeem te verwerken. Bij het numerieke deel kunnen fouten ontstaan doordat het gebruikte elementtype het experiment niet goed beschrijft, zoals in paragraaf 3.3.2 is aangegeven. Daarnaast kan ook de constitutieve relatie van de interphase fouten opleveren. Hier is gekozen voor een lineair elastisch isotroop materiaalgedrag met een constante E-modulus. Het is echter mogelijk dat deze aannamen de werkelijkheid teveel geweld aandoen en dat een ander materiaalmodel, bijvoorbeeld een orthotroop materiaalmodel, het materiaalgedrag van de interphase beter beschrijft. Een andere oorzaak van de lage waarde kan het gebruikte elementtype zijn. In hoofdstuk 3 is reeds aangegeven dat dit het experiment niet goed kan modelleren.

## 5. Conclusies en aanbevelingen

### 5.1 Conclusies

- ▶ Voor de karakterisering van het mechanisch gedrag van de interphase in een glas-epoxy composiet is de gecombineerde experimentele/numerieke methode een bruikbare techniek. Met deze methode kunnen de parameters van de constitutieve relatie van de interphase geschat worden.
- ▶ Uit berekeningen, die met verschillende elementtypen het experiment simuleren, blijkt dat de momenteel voor Parest beschikbare elementtypen (vlakke rek en vlakspanning) niet in staat zijn de transversale trekproef goed te modelleren. Met name de verplaatsing in y-richting wijkt relatief veel af van de 3D-simulatie.
- ▶ Uit simulaties met verschillende markerdichtheden blijkt dat een markerveld van 5 bij 5 markers voldoende informatie kan leveren om de materiaalparameters van de interphase te schatten. De positie van het veld moet zodanig zijn dat er voldoende markers op en rond de interphase liggen.
- ▶ De toevalligheid van fouten in de makerverplaatsingen kunnen bij een 5 bij 5 markerveld de resultaten negatief beïnvloeden. Dit kan opgelost worden door meerdere malen de experimentele/numerieke procedure te doorlopen en de gemiddelde resultaten hiervan te beschouwen.
- ▶ Het schatten van één materiaalparameter per experiment levert betere resultaten op dan het schatten van meerdere materiaalparameters per experiment.
- ▶ Om een goede schatting te maken van de materiaalparameters van de interphase dienen de verplaatsingen van alle randknooppunten bekend te zijn.

## 5.2 Aanbevelingen

- ▶ De module Parest bruikbaar maken voor meerdere elementtypen, zoals 3D-elementen. Hierdoor kan het experiment dat nodig is voor het bepalen van de materiaalparameters van de interphase beter gemodelleerd worden.
- ▶ Meerdere experimenten verminderen de invloed van toevallige meetfouten op de resultaten van de schatting. Een efficiënte methode hiervoor kan het meten van meerdere verplaatsingsvelden bij verschillende belastingen tijdens één trekproef zijn.
- ▶ De verplaatsingen van alle randknooppunten dienen goed voorgeschreven te worden. Om te voorkomen dat bij de interphase teveel markers aangebracht moeten worden, kan gebruik worden gemaakt van interpolatie-technieken.
- ▶ Met behulp van scanning secondary ion mass spectrometry is het mogelijk om de interphase in beeld te krijgen [Jayaraman, 1993I]. Hierdoor wordt informatie over de geometrie van de interphase verkregen, zodat deze goed gemodelleerd kan worden.
- ▶ Het meten van de verplaatsingen van de markers met behulp van een digitale beeldanalyse-systeem.

## 6 Literatuurlijst

Corleto, C.R., Bradley, W.L., en Brinson, H.F.,

An experimental micromechanics measurement technique for sub-micron domains.

Ingezonden naar: Journal of Materials Science

Handboek Technische Materialen,

Uitg.: Samson Stam, 1995, pp. 7010-3 tot 7010-25

Hendriks, M.A.N.,

Identification of the mechanical behavior of solid materials.

Proefschrift, Technische Universiteit Eindhoven, 1991

Jayaraman, K., Reifsnider, K.L. en Swain, R.E.,

Elastic and thermal effects in the interphase: Part I. Comments on characterization methods.

Journal of Composites Technology & Research, vol. 15, 1993, pp. 3-13

Jayaraman, K., Reifsnider, K.L. en Swain, R.E.,

Elastic and thermal effects in the interphase: Part II. Comments on modeling studies..

Journal of Composites Technology & Research, vol. 15, 1993, pp. 14-22

Jayaraman, K., Reifsnider, K.L. en Gao, Z.,

The interphase in unidirectional fiber-reinforced epoxies: Effect on local stress fields.

Journal of Composites Technology & Research, vol. 15, 1994, pp. 21-31

Kok, J.M.M. de,

Deformation, yield and fracture of unidirectional composites in transverse loading.

Proefschrift, Technische Universiteit Eindhoven, 1995

Meurs, P.F.M.

Characterization of interface conditions in composite materials.

Interne notitie, 1994

Meurs, P.F.M.

Characterization of interface conditions in composite materials

Geaccepteerd door: International Journal Composites, 1995

Ratingen, M.R. van,

Mechanical identification of inhomogeneous solids. A mixed numerical experimental approach.  
Proefschrift, Technische Universiteit Eindhoven, 1994

Saalbrink, A.,

The influence of matrix plasticity on the transverse properties of uni-directional carbon fibre reinforced epoxy composites.  
Afstudeerverslag, scheikunde, 1994

Schreurs, P.J.G.,

Continuümsmechanica.  
Collegedictaat Technische Universiteit Eindhoven, nr. 4612, versie 1990