

Invloed van de vezel-matrix interface op de materiaaldemping van vlas- en koolstofvezel-versterkte composieten

Sofie Huysman

Promotoren: prof. dr. ir. Wim Van Paepegem, prof. dr. ir. Kim Verbeken
Begeleiders: ir. Joachim Vanwalleghem, lic. Linsey Lapeire, dr. ir. Ives De Baere

Masterproef ingediend tot het behalen van de academische graad van
Master in de ingenieurwetenschappen: materiaalkunde

Vakgroep Toegepaste Materiaalwetenschappen
Voorzitter: prof. dr. ir. Joris Degrieck
Faculteit Ingenieurwetenschappen en Architectuur
Academiejaar 2011-2012



Invloed van de vezel-matrix interface op de materiaaldemping van vlas- en koolstofvezel-versterkte composieten

Sofie Huysman

Promotoren: prof. dr. ir. Wim Van Paepegem, prof. dr. ir. Kim Verbeken
Begeleiders: ir. Joachim Vanwalleghem, lic. Linsey Lapeire, dr. ir. Ives De Baere

Masterproef ingediend tot het behalen van de academische graad van
Master in de ingenieurswetenschappen: materiaalkunde

Vakgroep Toegepaste Materiaalwetenschappen
Voorzitter: prof. dr. ir. Joris Degrieck
Faculteit Ingenieurswetenschappen en Architectuur
Academiejaar 2011-2012



Voorwoord

Met deze masterproef sluit ik na vijf jaar mijn studies burgerlijk ingenieur in de materiaalkunde af. Alleen zou dit niet mogelijk geweest zijn, en langs deze weg wil ik iedereen bedanken die bijgedragen heeft om mijn thesis tot een goed einde te brengen.

Allereerst zou ik graag mijn promotoren prof. dr. ir. Wim Van Paepegem en prof. dr. ir. Kim Verbeken bedanken voor het aanreiken van een onderwerp dat me zo goed lag. Vervolgens wil ik graag mijn begeleiders ir. Joachim Vanwalleghem, dr. ir. Ives de Baere en Linsey Lapeire bedanken voor alle informatie, de goede raad en begeleiding en de antwoorden op mijn ongetwijfeld vele vragen.

Mijn dank gaat ook uit naar ir. Klaas Allaer en dr. ir. Geert Luyckx voor de hulp bij het maken van de composieten, alsook naar prof. dr. ir. Joris Degrieck voor de duidelijke uitleg tijdens het vak *Composieten*. Dit heeft me veel geholpen bij het schrijven van deze thesis.

Ik zou ook graag Elien Wallaert en Babs Lemmens bedanken om me te helpen bij het gebruik van de SEM, dr. ir. Alexander Davidkov voor het gebruik van zijn toestel, en ook de andere mensen van de vakgroep toegepaste materiaalwetenschappen om me bij te staan als ik hulp nodig had.

Daarnaast wil ik graag mijn ouders bedanken omdat ze mij de kans hebben gegeven mijn studies te voltooien, evenals mijn broer en mijn vrienden die elk op hun eigen manier een steentje hebben bijgedragen. En speciale dank aan Jan om er altijd te zijn, niet alleen tijdens dit eindwerk maar gedurende onze hele studententijd.

Gent, mei 2012

Sofie Huysman

Toelating tot bruikleen

De auteur geeft de toelating deze masterproef voor consultatie beschikbaar te stellen en delen van de masterproef te kopiëren voor eigen gebruik. Elk ander gebruik valt onder de beperkingen van het auteursrecht, in het bijzonder met betrekking tot de verplichting de bron uitdrukkelijk te vermelden bij het aanhalen van resultaten uit deze masterproef.

The author gives permission to make this master dissertation available for consultation and to copy parts of this master dissertation for personal use. In the case of any other use, the limitations of the copyright have to be respected, in particular with regard to the obligation to state expressly the source when quoting results from this master dissertation.

Sofie Huysman, mei 2012

Invloed van de vezel-matrix interface op de materiaaldemping van vlas- en koolstofvezelversterkte composieten

Sofie Huysman

Promotoren: prof. dr. ir. Wim Van Paepegem, prof. dr. ir. Kim Verbeken

Begeleiders: ir. Joachim Vanwalleghem, lic. Linsey Lapeire, dr. ir. Ives De Baere

Masterproef ingediend tot het behalen van de academische graad van

Master in de ingenieurswetenschappen : materiaalkunde

Faculteit Ingenieurswetenschappen en Architectuur

Vakgroep Toegepaste Materiaalwetenschappen

Voorzitter : prof. dr. ir. Joris Degrieck

Academiejaar 2011-2012

Samenvatting:

Vlasvezels bieden een ecologisch alternatief als versterkingsmateriaal in composieten. Tijdens deze masterproef werd het dempingsgedrag van vlasvezelversterkte composieten onderzocht, en de invloed van de vezel-matrix hechting op dit gedrag. In het eerste deel werd een vlasvezel-epoxy composiet vergeleken met een koolstofvezel-epoxy composiet. Zowel het dempingsgedrag als de hechting van het vlasvezel-epoxy composiet bleken beter te zijn. In het tweede deel werden twee vlasvezel-epoxy platen vergeleken waarbij enkel de vezel-matrix hechting verschillend was. De plaat met goede hechting vertoonde een minder goed dempingsgedrag dan de plaat met zwakke hechting. Dit toont aan dat een zwakke hechting zorgt voor betere demping. Vermits in het eerste deel van de masterproef het dempingsgedrag van het vlasvezel-epoxy composiet beter bleek te zijn, ondanks de zwakke hechting van het koolstofvezel-epoxy composiet, zou dit er op kunnen wijzen dat het voornamelijk de vlasvezel zelf is die het dempingsgedrag bepaalt.

Trefwoorden: vlasvezel, koolstofvezel, demping, vezel-matrix interface

Influence of the fibre-matrix interface on the material damping of flax fibre and carbon fibre reinforced composites

Sofie Huysman

Promotors: prof. dr. ir. Wim Van Paepegem, prof. dr. ir. Kim Verbeken

Supervisors: ir. Joachim Vanwalleghem, lic. Linsey Lapeire, dr. ir. Ives de Baere

Abstract – Natural flax fibres offer an ecological alternative for synthetic fibres in composites. In this article, the damping of flax fibre-epoxy and carbon fibre-epoxy composites is compared, and linked to the fibre-matrix adhesion. The influence of the adhesion is further investigated by comparing the damping behavior and fibre-matrix adhesion of flax fibre-epoxy composites with treated and untreated fibres.

Keywords – flax fibre, carbon fibre, fibre-matrix interface, material damping

I. INTRODUCTION

Composites are formed by combining matrix material and reinforcing fibres, which work together to create unique properties. Because of the need for more ecological materials, natural flax fibres can be used instead of man-made fibres. An interesting property of flax fibres is their good damping behavior because of their porous multi-layer structure [1]. Damping is an important parameter in the design of structures in which vibration or acoustic emission has to be controlled. The attempt is to compare the damping behavior of a flax fibre-epoxy composite with a classical carbon fibre-epoxy composite, and how this is related to the fibre-matrix interface.

II. COMPARISON OF FLAX FIBRE-EPOXY AND CARBON FIBRE-EPOXY COMPOSITES

A. Materials

Unidirectional composites with dimensions 445 mm x 137 mm x 2 mm are made by the autoclave process, which is based on the curing of prepregs. For the flax fibre-epoxy composite, 9 prepreg layers are used, consisting of an Araldite LY5150 epoxy matrix and treated flax fibres. For the carbon fibre-epoxy composite, 18 layers of prepreg are used, consisting of a M18 epoxy matrix and M55J carbon fibres treated with sizing 50B.

B. Measuring the damping

The damping ratio of the composites is determined by acoustic wave excitation. A loudspeaker sends out sinus waves with the natural frequency of the composite specimen, which causes the plate to vibrate in its corresponding mode shape. Then, the loudspeaker is turned off and a laser Doppler vibrometer detects the damping response.

The viscous damping ratio of the flax fibre-epoxy composite is 0,011 in the torsion mode and 0,008 in the bending mode, while for the carbon fibre-epoxy composite the values are lower: 0,008 in the torsion mode and 0,001 in the bending mode. Possible parameters that could influence this behavior are the fibre type and the fibre-matrix adhesion. The adhesion will be further investigated.

C. Influence of the interface

To investigate the fibre-matrix adhesion, the composite samples are cut in specimens with size 100 mm x 12,7 mm and polished. Then, they are broken by a transversal three point bending test. This gives two types of fracture surfaces (Figure 1), which can be further observed with the scanning electron microscope (SEM) [2]

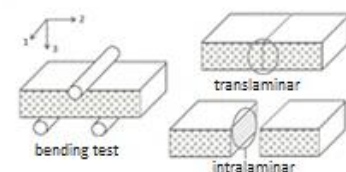


Figure 1: Fracture surfaces

The translaminar surface shows the fibre cross-sections. Propagating of the crack along the interface indicates weak adhesion. The intralaminar surface shows the fibres in their longitudinal direction. Smooth fibres with little remaining matrix material indicate a weak adhesion.

For the carbon fibre-epoxy composite (Figure 2), the crack propagates along the interface and the fibre surface is smooth. This indicates a weak fibre-matrix adhesion [2]. For the flax fibre-epoxy composite (Figure 3), the crack propagates along the interface and through the fibres. The fibre surface is quite damaged also. This could indicate strong adhesion. Though, for flax fibre-epoxy composites, there was no literature found to make a comparison with. Therefore, the adhesion is further investigated by comparing flax fibre-epoxy composites that only differ in fibre sizing.

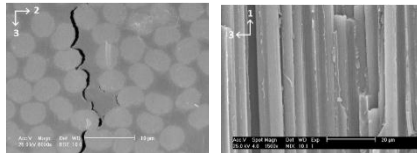


Figure 2 : Translamellar and intralaminar fracture surface of carbon fibre-epoxy composites.

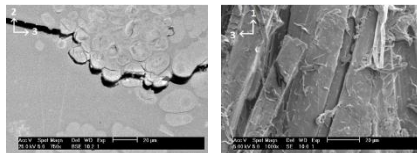


Figure 3: Translamellar and intralaminar fracture surface of flax fibre-epoxy composites.

III. COMPARISON OF FLAX FIBRE -EPOXY COMPOSITES WITH TREATED AND UNTREATED FIBRES

A. Materials

A UD flax fibre-epoxy composite with treated fibres and a UD flax fibre-epoxy composite with untreated fibres (no sizing) are made by the resin transfer molding process (RTM), which is based on the curing of 9 layers dry fibre-fabric, impregnated by a RIMR 135 epoxy resin.

B. Measuring the damping

The damping behavior is measured on composite plates with dimensions 265 mm x 265 mm x 2 mm. The viscous damping ratio of the composite with treated fibres is 0,011 in the torsion mode and 0,009 in the bending mode. For the composite with untreated fibres, the values are higher: 0,018 in the torsion mode and 0,012 in the bending mode.

C. Influence of the interface

After the bending test, the fracture surfaces are observed with the SEM. In case of treated fibres (Figure 4), the crack propagates along the interface and through the fibres, and the fibre surface is also quite damaged.

In case of the untreated fibres (Figure 5), the crack propagates almost only along the interface and the fibre surface is less damaged. Hence, it can be concluded that the untreated fibres have a weaker adhesion.

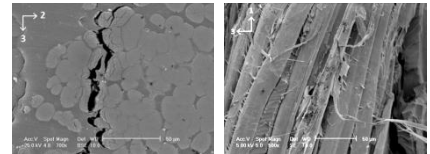


Figure 4 : Translamellar and intralaminar fracture surface of flax fibre-epoxy without sizing

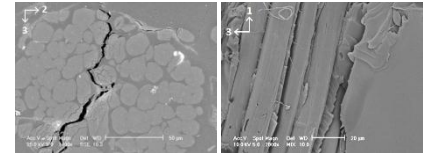


Figure 5: Translamellar and intralaminar fracture surface of flax fibre-epoxy with sizing

IV. CONCLUSION

From the comparison between the RTM-made flax fibre-epoxy composites with treated and untreated fibres, it can be concluded that flax fibre-epoxy composite with untreated fibres has a weaker fibre-matrix adhesion, and therefore has a better damping behavior. From the comparison between the autoclave-made flax-fibre epoxy composite and carbon fibre-epoxy composite, it can now be concluded that the flax fibre-epoxy composite has a good fibre-matrix adhesion and the carbon fibre-epoxy composite has a weak adhesion. As observed within this study corresponds a weak adhesion with a better damping behavior, because of friction [3]. But the damping behavior of the flax fibre-epoxy composite is better than the damping behavior of the carbon fibre-epoxy composite, despite the weak adhesion of the latter. This probably indicates that the natural flax fibre is the determining parameter for the better damping behavior.

V. REFERENCES

- [1] J. ARENAS & M. CROCKER, Recent Trends in Porous Sound-Absorbing Materials, Sound and vibration magazine (juli 2010)
- [2] G. LAWCOCK, L. YE, Y. MAI & C. SUN, Effects of fibre/matrix adhesion on carbon-fibre reinforced metal, Composites Science and Technology, Volume 57, Issue 12 (1998) 1609-1619
- [3] H. WU & W. GU, Non-destructive characterization of fibre-matrix adhesion in composites by vibration damping, Journal of material science, Volume 32, Issue 7 (1997) 1795-1798

Inhoudsopgave

Hoofdstuk 1: Beschrijving van de thesis	1
Hoofdstuk 2: Composietmaterialen.....	3
2.1. Inleiding	3
2.2. Vezels... ..	5
2.2.1. Inleiding	5
2.2.2. Vlasvezels.....	6
2.2.3. Koolstofvezels	8
2.3. Matrix.....	11
2.3.1. Inleiding	11
2.3.2. Thermoplasten.....	11
2.3.3. Thermoharders	11
2.3.4. Epoxyhars.....	12
Hoofdstuk 3: Dempingsgedrag van vlasvezel- en koolstofvezel- epoxy composieten geproduceerd met het autoclaafproces.....	15
3.1. Productieproces	15
3.1.1. Vlasvezel-epoxyplaat	17
3.1.2. Koolstofvezel-epoxyplaat	20
3.2. Dempingsgedrag	22
3.2.1. Begrip demping.....	22
3.2.2. Dempingssystemen.....	24
3.2.3. Meetmethode.....	30
3.2.4. Demping van het vlasvezel-epoxy composiet	32
3.2.5. Demping van het koolstofvezel-epoxy composiet.....	35
3.2.6. Vergelijking van de resultaten	36
3.4. Adhesiegedrag	39

3.4.1. Inleiding	39
3.4.2. Driepuntsbuiging	41
3.4.3. Microscopisch onderzoek	48
3.4.3.1. De lichtmicroscop	48
3.4.3.2. De elektronenmicroscop	49
3.4.3.3. Translaminair breukoppervlak van het vlasvezel-epoxy composiet	53
3.4.3.4. Intralaminair breukoppervlak van het vlasvezel-epoxy composiet	61
3.4.3.5. Translaminair breukoppervlak van koolstofvezel-epoxy composieten.....	65
3.4.3.6. Intralaminair breukoppervlak van het koolstofvezel-epoxy composiet.....	71
3.4.3.7. Conclusie van het microscopisch onderzoek.....	75
Hoofdstuk 4: Dempingsgedrag van vlasvezel-epoxy composieten met en zonder sizing geproduceerd met het RTM-proces	76
4.1. Inleiding	76
4.2. Productieproces.....	77
4.3. Dempingsgedrag	81
4.3.1. Inleiding	81
4.3.2. Damping van vlasvezel-epoxy met sizing	82
4.3.3. Damping van vlasvezel-epoxy zonder sizing.....	83
4.3.4. Vergelijking van de resultaten	84
4.4. Adhesiegedrag	85
4.4.1. Inleiding	85
4.4.2. Driepuntsbuiging	85
4.4.3. Microscopisch onderzoek	89
4.4.3.1. Translaminair breukoppervlak van de vlasvezel-epoxyplaat met sizing	89
4.4.3.2. Intralaminair breukoppervlak van de vlasvezel-epoxyplaat met sizing	93
4.4.3.3. Translaminair breukoppervlak van de vlasvezel-epoxyplaat zonder sizing	95
4.4.3.4. Intralaminair breukoppervlak van de vlasvezel-epoxyplaat zonder sizing.....	98

Hoofdstuk 5: Conclusie en verder onderzoek.....	100
5.1. Bespreking resultaten	100
5.2. Besluit.....	102
5.3. Verder onderzoek	103
Lijst van referenties.....	104
Lijst van figuren.....	107
Lijst van tabellen	110

Hoofdstuk 1:

Beschrijving van de thesis

Composieten worden gevormd door een matrixmateriaal, zoals een polymeer of een metaal, te combineren met een versterkende vulstoffase, zoals vezels of nanodeeltjes. De afzonderlijke componenten voegen iets aan elkaar toe zodat verbeterde eigenschappen bekomen worden ten opzichte van de samenstellende elementen.

Kunstmatige vezels zoals koolstofvezels zijn reeds langer gekend als versterkend materiaal in moderne composieten, maar nu de vraag naar ecologische toepassingen groter is dan ooit, vormt de natuurlijke vlasvezel een goed alternatief. Niet alleen op ecologisch vlak, maar ook op economisch en technologisch vlak is dit een van de meest interessante natuurlijke vezels. Een van de eigenschappen die vlasvezels zo interessant maakt, is het goede dempingsgedrag.

Demping is immers een belangrijke parameter voor het ontwerp van structuren waarbij vibratie zoveel mogelijk gecontroleerd moet worden. Een typisch voorbeeld zijn toepassingen uit de sportwereld, zoals tennisrackets en racefietsen. Materialen met een goed dempingsgedrag kunnen de trillingen opvangen zodat het lichaam van de sporter deze trillingen niet moet absorberen. Ook bij bouwkundige constructies is een goede demping aangewezen om sterke vibraties zoveel mogelijk te vermijden. Door de keuze van materialen met een goed dempingsgedrag is het bovendien mogelijk geluidoverlast te verminderen en constructies te ontwerpen die stiller functioneren.

In deze masterproef wordt het dempingsgedrag onderzocht van composietmaterialen opgebouwd uit vlasvezels en koolstofvezels ingebed in een epoxymatrix, en de invloed van de hechting tussen vezel en matrix op dit dempingsgedrag.

In hoofdstuk 2 wordt uitgelegd wat composietmaterialen zijn. De materialen waaruit de composieten voor deze masterproef zijn opgebouwd, worden hier meer in detail beschreven. Deze materialen zijn vlasvezels, koolstofvezels en epoxyhars.

Hoofdstuk 3 behandelt vlasvezel-epoxy en koolstofvezel-epoxy composietplaten die geproduceerd werden via het autoclaafproces. Op beide composietplaten worden dempingsmetingen uitgevoerd met behulp van akoestische golfexcitatie. De methode en de resultaten van de dempingsmeting worden in dit hoofdstuk verder toegelicht. De voornaamste parameters die het dempingsgedrag kunnen bepalen zijn het type vezel, namelijk vlasvezels ten opzichte van koolstofvezels, en de hechting of interface tussen vezel en matrix. De invloed van deze laatste parameter wordt verder onderzocht door het breken van proefstukken met een buigproef. De bekomen breukoppervlakken kunnen een kwalitatieve indicatie geven van de hechting tussen vezel en matrix. Om deze breukoppervlakken te onderzoeken wordt gebruik gemaakt van de optische microscoop en de rasterelektronenmicroscoop of SEM.

Hoofdstuk 4 focust volledig op de invloed van de vezel-matrix interface parameter op het dempingsgedrag. Dit gebeurt door vlasvezel-epoxy composietplaten te vergelijken die volledig identiek zijn op de interface na. Bij het ene composiet worden onbehandelde vlasvezels gebruikt en bij het andere composiet behandelde vlasvezels. Deze composietplaten werden geproduceerd met het RTM-proces (resin transfer molding) Op beide platen worden eveneens dempingsmetingen uitgevoerd die in dit hoofdstuk besproken worden. Vervolgens wordt de vezel-matrix adhesie onderzocht door de breukoppervlakken, bekomen na de buigproef, te observeren met de rasterelektronenmicroscoop. Er wordt verwacht dat de onbehandelde vlasvezels een zwakkere adhesie vertonen, en bijgevolg een beter dempingsgedrag.

Tenslotte worden in het laatste hoofdstuk alle resultaten besproken, waarbij ook de resultaten van hoofdstuk 3 en hoofdstuk 4 naast elkaar gelegd worden. Dit geeft een beeld van het dempingsgedrag van vlasvezel-epoxy composieten, en wat de mogelijke parameters kunnen zijn die dit gedrag bepalen. Hierbij zal vooral nadruk gelegd worden op de vezel-matrix interface.

Hoofdstuk 2:

Composietmaterialen

2.1. Inleiding

Een composiet is een macroscopische combinatie van 2 of meer onderscheidbare materialen, met een herkenbare interface die hen van elkaar scheidt. Composieten zijn met andere woorden heterogene materialen. Ze zijn opgebouwd uit verschillende materialen die iets aan elkaar toevoegen, zodat het eindresultaat verbeterde eigenschappen heeft ten opzichte van samenstellende materialen



Figuur 1: Toepassingen van composieten

In de natuur komen verschillende composieten voor, zoals bijvoorbeeld hout of beenderen. Hout bestaat uit buigzame cellulosevezels die samengehouden worden door lignine, en beenderen zijn opgebouwd uit zacht proteïne en hard mineraal. Ook de mens maakt al eeuwenlang composieten van natuurlijke materialen. Zo voegden de Egyptenaren reeds strovezels toe aan klei om sterkere bakstenen te bekomen. Het stro zorgde voor sterkte en structuur, terwijl de klei fungeerde als bindmateriaal om alles samen te houden [¹][²].

Maar het is pas sinds de ontdekking van de eerste kunststof in 1909, namelijk bakeliet, dat de moderne productie van composietmaterialen een hoge vlucht nam. Kunststoffen zoals epoxyhars en polyester maar ook natuurlijke harsen werden ingezet als bindmiddelen voor bijvoorbeeld koolstofvezels, glasvezels of natuurlijke vezels. Composietmaterialen worden vandaag toegepast in de ruimtevaart, luchtvaart, auto-industrie, geneeskunde, tandheelkunde, bouw, sport, ... [3]

De meeste composieten zijn opgebouwd uit twee fasen, namelijk de matrix en de gedispergeerde fase of vulstoffase. Wanneer de vulstoffase opgebouwd is uit quasi sferische deeltjes spreekt men van deeltjesversterkte composieten. Een duidelijk voorbeeld hiervan is beton, waarvan de matrix cement is en de versterkende deeltjes zand en gravel. Het meest voorkomende type zijn vezelversterkte composieten, waarbij de vulstoffase bestaat uit vezels.

De matrix is de constituent die de vezels omgeeft. De uiteindelijke eigenschappen van het composiet worden dus bepaald door de eigenschappen van de afzonderlijke fasen, hun relatieve hoeveelheid en hun geometrie [2]. De vezels dragen de belasting, geven het materiaal voldoende stijfheid en verminderen scheurgroei. De matrix houdt de vezels samen en beschermt deze tegen wrijving, chemische reacties of andere vormen van schade. De matrix zorgt bovendien voor de overdracht van opgelegde spanningen naar de vezels [3].

Composieten hebben vele voordelen, waarvan gewichtsreductie een van de belangrijkste is. De verhouding van de sterkte ten opzichte van het gewicht is zeer hoog. Lichte high-tech materialen zijn tegenwoordig zeer belangrijk, want alles dat met transport te maken heeft, streeft naar een laag gewicht om het brandstofverbruik zoveel mogelijk te verminderen, vermits fossiele brandstoffen steeds schaarser en duurder worden [3].

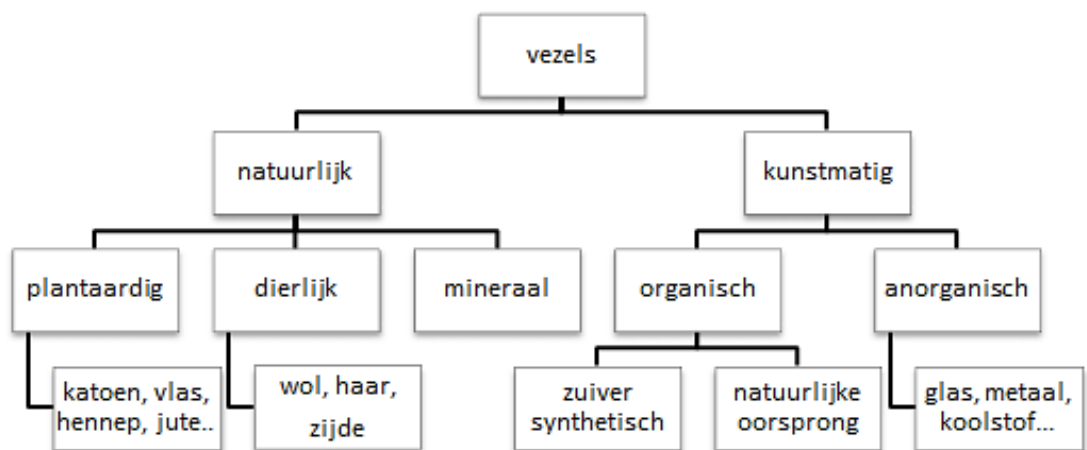
Behalve gewichtsreductie zijn er nog vele andere voordelen, zoals bijvoorbeeld de mogelijkheid om complexe vormen te geven. Eigenschappen zoals stijfheid en sterkte kunnen bovendien gemakkelijk aangepast worden zodat het mogelijk is om een materiaal op maat te maken voor de prestaties die het zal moeten leveren. Composietmaterialen hebben ook een goede corrosieweerstand, wat resulteert in een langere levensduur [4]. Naast voordelen zijn er uiteraard ook nadelen verbonden aan het gebruik van composieten. De aankoopprijs van het basismateriaal is hoog, het productieproces is vrij traag en erg arbeidsintensief en er zijn nog er nog niet zoveel mogelijkheden tot recycling [1].

2.2. vezels

2.2.1. Inleiding

Als versterkingsmiddel worden vezels het meest gebruikt. Een vezel is een materiaaleenheid met een zeer kleine diameter en een lengte die ten minste 10 keer groter is dan de breedte. Op enkele uitzonderingen na zijn ze opgebouwd uit lange ketenmoleculen of polymeren. Men classificeert vezels in natuurlijke en kunstmatige vezels.

Natuurlijke vezels kunnen van plantaardige, dierlijke of minerale oorsprong zijn. Typische plantaardige vezels zijn bijvoorbeeld vlas, jute, hennep of katoen. Voorbeelden van dierlijke vezels zijn wol, haar en zijde. Kunstmatige vezels zijn door de mens gemaakt en worden daarom ook 'man-made fibres' genoemd. Hier maakt men onderscheid tussen organische en anorganische vezels. Organische vezels kunnen afkomstig zijn van zuiver synthetische polymeren zijn zoals aramide en polyester, maar ze kunnen ook ontstaan door transformatie van natuurlijke polymeren zoals rubber en viscose. Anorganische vezels omvatten koolstofvezels, metaalvezels, glasvezels en keramische vezels. [5] In deze thesis zullen composieten gebruikt worden die versterkt zijn met vlasvezels en met koolstofvezels. Deze twee soorten vezels worden in de volgende paragrafen besproken.



Figuur 2: Classificatie van vezels [2]

2.2.2. Vlasvezels

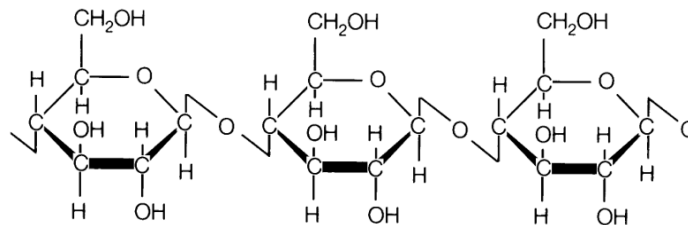
Nu de vraag naar ecologische toepassingen groter is dan ooit, vormt de vlasvezel een goed alternatief voor de kunststofvezels in composieten. Vlas is een natuurlijk en recycleerbaar materiaal, waarvan het productieproces weinig energie vraagt en geen gezondheidsrisico's inhoudt. Vlasvezels hebben een lage kostprijs en zijn bovendien een lokale bron van groene grondstof: 85% van de vezels zijn afkomstig uit Europa. Uiteraard zijn de ecologische en economische voordelen alleen niet voldoende, maar ook op technologisch vlak behoren vlasvezels tot de meest interessante natuurlijke vezels om in composietmaterialen te gebruiken [6].

Een bijzondere eigenschap van composieten versterkt met vlasvezels is bijvoorbeeld het dempingsgedrag, dat zou zorgen voor verminderde vibratie in onder andere racefietsen en tennisrackets. Tijdens dit afstudeerwerk zal het dempingsgedrag van vlasvezelversterkte composieten dan ook verder onderzocht worden.

De vlasvezel is een natuurlijke vezel van plantaardige oorsprong en is afkomstig van de vlasplant. Deze plant kan groeien tot een hoogte van ongeveer 1 meter en heeft een lange stengel met lancetvormige bladeren. Tijdens de bloeiperiode in juni groeien er blauwe of witte bloemen aan de stengel, waarna de zaden kunnen rijpen. Nog voor het zaad rijp is wordt de vlasplant geoogst omdat de vezel anders grover en brosser zou zijn.

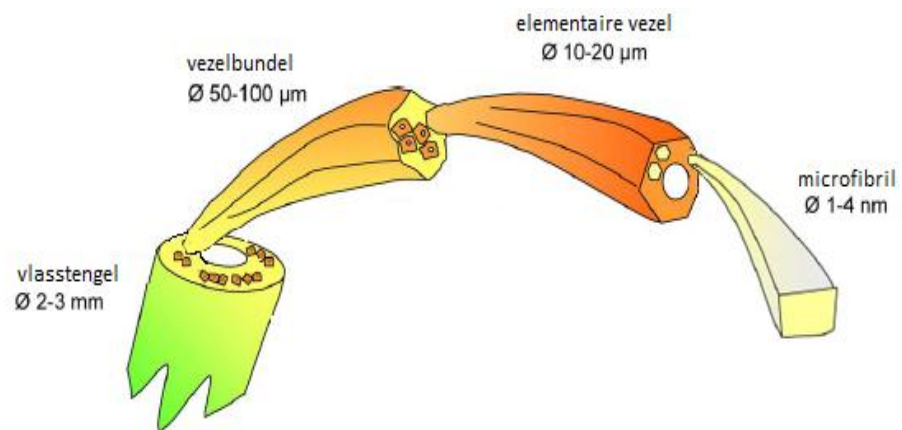
De vlasvezels bevinden zich in de stengel van de geoogste vlasplant. Ze behoren hierdoor tot de klasse van de bastvezels, net zoals hennep en jute. De doorsnede van een bastvezel bevat een dertigtal lange bundels die de technische vezels genoemd worden. De technische vezels hebben een diameter 50 à 100 μm en zijn ongeveer 1 meter lang. Iedere bundel is opgebouwd uit 10 à 40 elementaire vezels, met een lengte van 2 tot 5 cm en een diameter van 10 tot 20 μm . Ze worden samengehouden door een natuurlijke lijm van pectine en hemicellulose. Elementaire vezels zijn individuele plantencellen die zijn opgebouwd uit een primaire celwand, een secundaire celwand en een open kanaal in het centrum dat het lumen wordt genoemd. De secundaire wand bepaalt grotendeels de diameter van de vezel en bestaat uit cellulose en hemicellulose.

Cellulose, weergegeven in Figuur 3, is de basiscomponent van alle plantaardige vezels. Het is een onvertakt polymeer dat bestaat uit een aaneenschakeling van β -glucose eenheden. Hemicellulose daarentegen is een vertakt polymeer dat niet enkel opgebouwd is uit glucose, maar ook uit andere suikers zoals xylose, galactose, mannose...



Figuur 3: Cellulose

In de secundaire wand liggen de cellulosemoleculen georiënteerd als kristallijne microfibrillen. De microfibrillen hebben een diameter van 4 à 10 nm en worden samengehouden door de amorphe hemicellulose fase. Vlasvezels vormen in feite een composietstructuur op zichzelf: elementaire vezels en microfibrillen worden samengehouden door een natuurlijke matrix van hemicellulose. De opbouw van vlasvezels wordt schematisch weergegeven in Figuur 4 [7].



Figuur 4: Opbouw vlasstengel [7]

Na het oogsten van de vlasplant is het de bedoeling de vlasvezels uit de stengel van de vlasplant te halen. Dit gebeurt in vier verschillende stappen: roten, braken, zwingelen en hekelen. Tijdens het roten wordt het niet-cellulosemateriaal dat de technische vezels samenhoudt, opgelost zodat de vezelbundels van elkaar gescheiden worden.

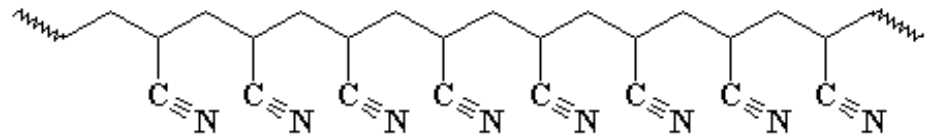
Bij biologisch roten gaan bacteriën of schimmels het niet-cellulosemateriaal omzetten in oplosbare zuren en zouten. Vaak wordt klassieke dauwrotten of veldrotten toegepast. Hierbij laat men het vlas verspreid liggen op de velden liggen zodat regenwater, schimmels en bacteriën de pectines kunnen oplossen die de technische vezelbundels samenhouden. Een meer complexe vorm van biologisch roten is artificieel roten. Het vlas wordt hierbij in waterbekkens geweekt bij temperaturen van 32°. Bij deze temperatuur verbruiken aerobe bacteriën alle zuurstof in het water. Pas wanneer er geen zuurstof meer aanwezig is, kunnen anaerobe bacteriën zich ontwikkelen en al het niet-cellulosemateriaal afbreken.

Het rootproces heeft de pectines die de vezelbundels samenhiielden opgelost en de houtachtige stengel broos gemaakt. Vervolgens is het de bedoeling dit houtachtig gedeelte van de stengel te isoleren van de vezelbundels. De eerste stap in dit proces wordt braken genoemd, en gebeurt door de stengels te breken in een wals. Het gebroken houtachtig gedeelte wordt vervolgens gescheiden van de vezelbundels door ze te zwingelen in een zwingelturbine. De laatste stap is het hekelen of kammen van de vezels. Hierdoor worden de laatste restjes hout en bast verwijderd. Na roten, braken, zwingelen en hekelen worden technische vlasvezels bekomen die volledig gescheiden zijn van de vlasplant [8].

2.2.3. Koolstofvezels

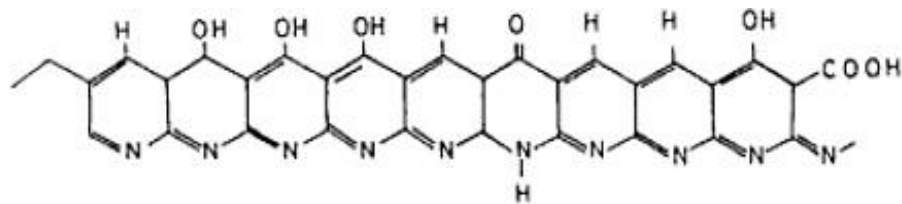
Koolstofvezels zijn vezels die voor minstens 90% uit koolstof bestaan. Ze bekomen worden door gecontroleerde pyrolyse van geschikte vezels. De eerste koolstofvezels werden in 1950 gemaakt door pyrolyse van rayon, een semi-synthetisch polymeer van geregenereerde cellulose. Tegenwoordig vormen ofwel polyacrylonitril, ofwel pek de basis voor de productie van koolstofvezels. Polyacrylonitril of PAN kan verkregen worden door polymerisatie van acrylonitril. Acrylonitril wordt op zijn beurt bekomen door oxidatie van ammoniak.

De structuurformule van polyacrylonitril wordt weergegeven in Figuur 5:



Figuur 5: PAN (polyacrylonitril) [9]

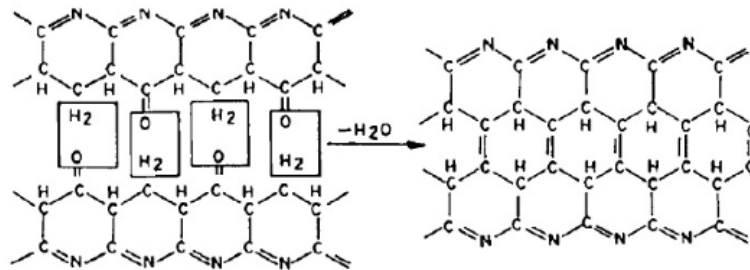
Productie van koolstofvezels uit polyacrylonitril of PAN verloopt in drie stappen. De eerste stap is stabilisatie (of oxidatie) van de polyacrylonitrilvezels in een oxiderende atmosfeer tussen 200° en 300°. Door de aanwezigheid van zuurstof en warmte wordt polyacrylonitril gelijktijdig gecycliseerd en gedehydrogeneerd tot een cyclisch polymeer zoals in Figuur 6, dat zuurstofgroepen bevat als -COOH en -OH die later zullen helpen bij de carbonisatiestap.



Figuur 6: Gestabiliseerd PAN [9]

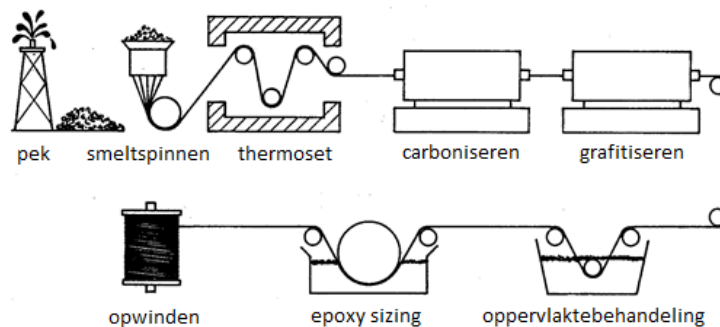
De tweede stap in de productie van koolstofvezels is carbonisatie in een inerte stikstofomgeving. Eerst gaan de vezels door een oven met temperaturen tussen 300° en 1000°C, en vervolgens door een oven met temperaturen tussen 1000° en 1600°C. De gestabiliseerde PAN-vezels gaan intermoleculair cross-linken tot een vernette structuur. Dit kan door reacties tussen de zuurstofbevattende groepen of door dehydrogenatie (Figuur 7). Alle niet-koolstofelementen zoals O, N en H verwijderd onder de vorm van vluchtige stoffen. Het totale rendement na carbonisatie bedraagt zo'n 50% van de massa van de oorspronkelijke PAN-vezels.

Na carbonisatie hebben koolstofvezels reeds een hoge treksterkte. Daarna kunnen de vezels nog grafitisatie ondergaan door verhitting bij temperaturen tussen 1500° en 2700°C. Dit geeft een hogere elasticiteitsmodulus maar een lagere treksterkte.



Figuur 7: Intermoleculair cross-linking [9]

Het productieproces van koolstofvezels uit pek wordt weergegeven in Figuur 8. Pek is een zwarte, viskeuze vloeistof die overblijft na destillatie van koolteer of na pyrolyse van zware aardoliefracties. Eerst wordt het pek bij temperaturen tussen 400° en 500°C omgezet in anisotrope mesofase-pek, met een hoge moleculaire massa. Uit deze pek worden anisotrope ‘mesofase-pekvezels’ bekomen door smeltspinnen. Na het spinproces worden de vezels geoxideerd tot thermohardende mesofase-pekvezels. Tenslotte worden de vezels boven 1500°C gecarboniseerd tot koolstofvezels. Ook hier is grafietisering mogelijk bij temperaturen tot 3000°C om de eigenschappen te verbeteren [9][5].



Figuur 8: Productie van koolstofvezels uit pek [10]

2.3. Matrix

2.3.1. Inleiding

Er zijn drie verschillende materialen mogelijk als matrix: polymeren, metalen en keramische materialen. Meestal wordt gebruik gemaakt van polymeermatrices. Polymeren hebben immers een lage massadichtheid, hoge specifieke stijfheid en sterkte, goede dimensionele stabiliteit, goede chemische en elektrische eigenschappen, een uitstekende corrosieweerstand en makkelijke bewerkbaarheid, wat hen het meest interessante materiaal maakt om als matrix te dienen. Polymeermatrices worden onderverdeeld in thermoharders en de thermoplasten. Het grote verschil tussen beide is dat thermoharders na reactie permanent vast zijn en niet meer kunnen smelten door verhitting, terwijl thermoplasten wel opnieuw vloeibaar kunnen worden [1].

2.3.2. Thermoplasten

Voorbeelden van thermoplasten zijn nylon, polyamide, polyethyleen, ... Ze zijn opgebouwd uit lineaire macromoleculen die onderling samengehouden worden door Van Der Waalse krachten. Dit zijn zwakke intermoleculaire verbindingen die makkelijk kunnen verbroken worden door het materiaal te verhitten boven een bepaalde temperatuur. De moleculen komen bij hogere temperatuur steeds verder van elkaar te liggen, tot ze volledig vrij ten opzichte van elkaar kunnen bewegen. Op dat moment is de thermoplast opnieuw vloeibaar. De manier waarop de moleculen geordend zijn in gesmolten of vaste toestand is de basis voor de indeling van thermoplasten in drie groepen: amorfe, semi-kristallijne en vloeibaar kristallijne thermoplasten.

2.3.3. Thermoharders

Typische voorbeelden van thermoharders zijn epoxyharsen, vinylesters, fenolen, polyimides, ... Ze worden gemaakt door het bijeengieten van monomeren die zich nog in vloeibare toestand bevinden. Bij verhitting vormen er allerlei dwarsverbindingen tussen de individuele ketens. Op die manier ontstaat een onoplosbaar driedimensioneel netwerk, waardoor het niet meer mogelijk is om een thermoharder te vervormen of te smelten door opnieuw te verhitten.

Het produceren van thermoharders kan op 2 manieren gebeuren. De eerste manier is via vernetting of cross-linking, waarbij lineaire polymeren reageren met verharders of cross-link agents. Dit type productie wordt ook uitharden genoemd en wordt vooral toegepast bij epoxyharsen en polyesters.

Een tweede manier is via polycondensatie. Hiervoor gebruikt men twee soorten monomeren, elk met een verschillende functionele groep. Deze monomeren reageren met elkaar en splitsen hierbij een watermolecule af. De reactie gaat steeds verder tot een volledig driedimensioneel netwerk verkregen wordt. Een typische thermoharder die op deze manier gemaakt wordt is bakeliet.

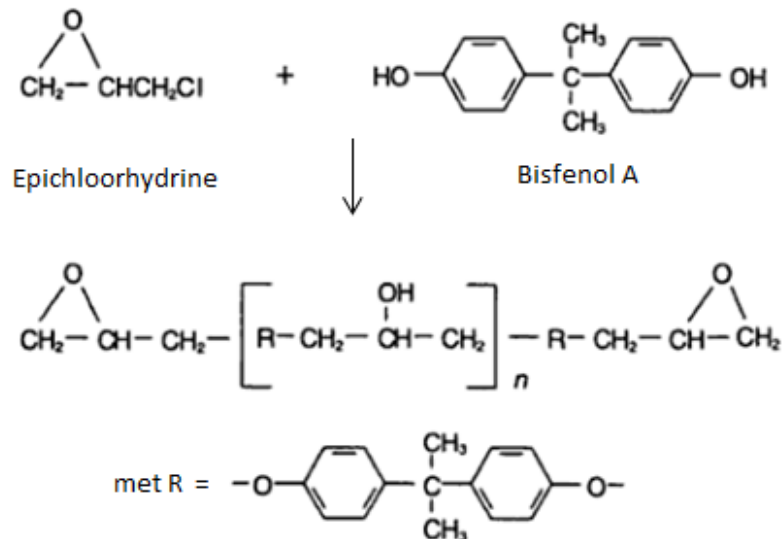
Omdat thermoharders niet meer kunnen smelten bij verhitting, zijn het harde en weinig elastische materialen. Bijgevolg zijn toepassingen gemaakt met thermoharders vrij bros. Positieve eigenschappen zijn dan weer de hoge resistentie tegen oplosmiddelen en de lage brandbaarheid. De vernette structuur van thermoharders vormt een groot voordeel bij weerstand tegen kruip en scheuren. Thermoharders kunnen zich ook beter hechten aan andere materialen dan thermoplasten, wat uiteraard een interessante eigenschap is voor composieten [11][12][13]

Het type thermoharder dat in deze masterproef als matrix zal gebruikt worden, is epoxyhars. Dit materiaal wordt in de volgende paragraaf meer in detail besproken.

2.3.4 Epoxyhars

Epoxyhars wordt gevormd door de reactie van epichloorhydrine met bisfenol A, zoals weergegeven in Figuur 9. Door de verhouding van epichloorhydrine ten opzichte van bisfenol A te veranderen, kunnen verschillende soorten epoxyharsen bekomen worden. Het is essentieel dat epoxyharsen uitgehard worden op verhoogde temperaturen boven 60°. Epoxyharsen die uitgehard werden op verhoogde temperatuur hebben doorgaans betere eigenschappen dan koudgeharde epoxy's.

Het uitharden (*curing*) van epoxyharsen gebeurt door middel van vernetters (*curing agents*) zoals katalysatoren, verharders of activatoren. De werking van deze vernetters is verschillend. Zo werkt de ene vernetter via katalytische reacties en wordt een ander type vernetter opgenomen in de bulk van de matrix, maar het eindresultaat is telkens een volledig vernette structuur.



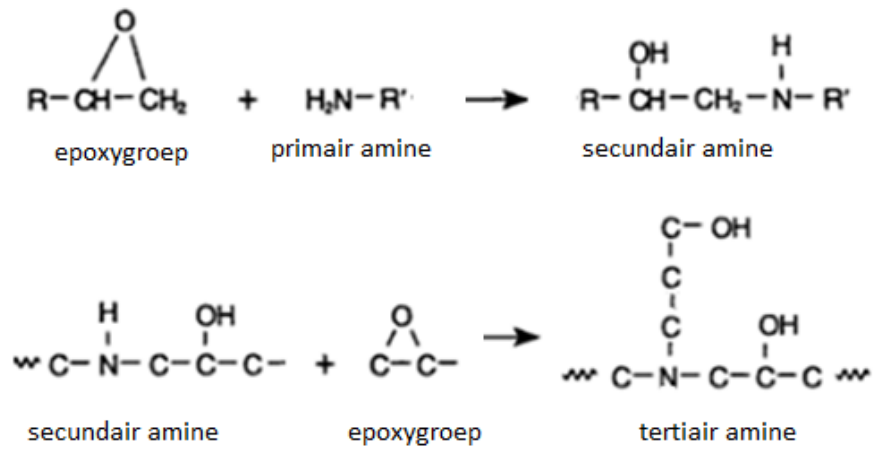
Figuur 9: Vorming van epoxy [14]

Het uithardingsproces verloopt in 3 stappen: eerst worden de epoxygroepen herschikt, waardoor een connecties gevormd worden tussen deze groepen onderling. Hierna gaan de aromatische en alifatische hydroxylgroepen verbindingen vormen met de epoxygroepen en tenslotte treedt vernetting op door de eerder vernoemde vernetters.

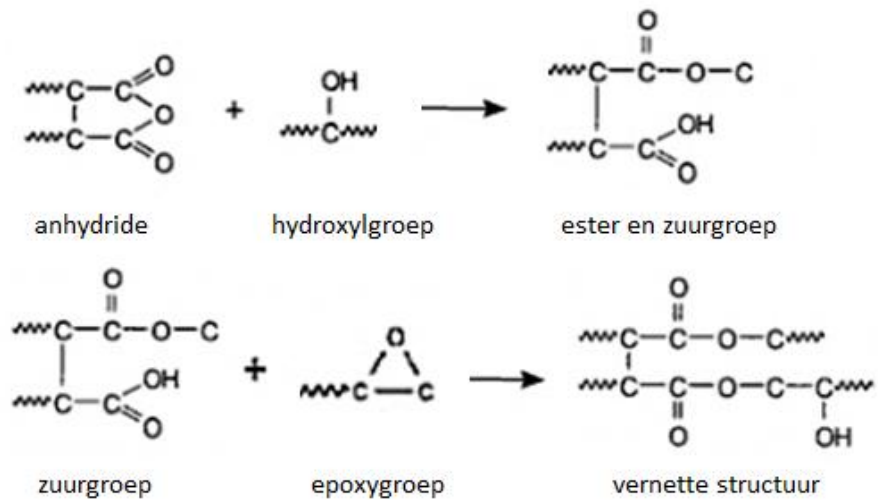
Een voorbeeld van vernetters of curing agents zijn amines. Een amine is een functionele groep waarbij een stikstofatoom verbonden is met 3 andere atomen. Dit kunnen koolstofatomen of waterstofatomen zijn. De benaming van het type amine (primaair, secundair of tertiair) wordt bepaald door het aantal koolstofatomen in de verbinding. Indien men de vernettingsreactie bijvoorbeeld start met een primair amine zoals in Figuur 10, dan zal dit amine reageren met een epoxygroep en op die manier een secundair amine vormen.

Een ander type vernetters zijn anhydriden. Anhydriden zijn structuren die 2 acylgroepen bevatten die gebonden zijn aan hetzelfde zuurstofatoom. Een acylgroep heeft als structuurformule R-C=O, waarbij R een alkylgroep voorstelt die via een enkele binding verbonden is met de C=O groep. Figuur 11 geeft het reactiemechanisme weer voor het uitharden van een epoxyhars door anhydriden.

Eerst reageert het anhydride met de hydroxylgroep van het epoxyhars waarbij een verbinding gevormd wordt die een estergroep en een zuurgroep bevat. De zuurgroep –COOH gaat dan reageren met een epoxygroep zodat opnieuw een volledig vernette structuur bekomen wordt [14].



Figuur 10: Vernetting door amines [14]



Figuur 11: Vernetting door anhydrides [14]

Hoofdstuk 3:

Dempingsgedrag van vlasvezel- en koolstofvezel-epoxy composieten geproduceerd met het autoclaafproces

3.1. Productieproces

In dit hoofdstuk zal het dempingsgedrag van twee types composieten onderzocht worden: enerzijds vlasvezels ingebed in een epoxymatrix en anderzijds koolstofvezels ingebed in een epoxymatrix. Om deze composietplaten te produceren zijn verschillende methoden mogelijk die hetzelfde basisprincipe volgen. De vezels en matrix worden samengebracht en doorlopen vervolgens een temperatuurcyclus en drukcyclus waardoor ze uitharden. Voorbeelden van mogelijke processen zijn de autoclaaftechniek, persgieten, harsinjectie, pultrusie, en wikkelen. In deze masterproef werd gekozen voor de autoclaaftechniek. Dit is een productieproces van zeer hoge kwaliteit, waarbij men gebruik maakt van 'prepreg' of voorgeïmpregneerde vezels [1].

Prepreg is een industriële term voor *preimpregnated fibres* of voorgeïmpregneerde vezels. Dit zijn vezels die reeds omhuld zijn door een bepaalde hoeveelheid polymeerhars, maar dit hars is slechts gedeeltelijk uitgehard. Dit betekent dat er slechts een deel van de bindingen gevormd zijn in het polymeer. De polymeermatrix is in dit stadium een ongegelleerde, viskeuze vloeistof die ervoor zorgt dat de prepreg makkelijk in complexe vormen te brengen is, maar toch nog voldoende rigide is om te behandelen en bewerken.

Prepregs zijn bijgevolg halffabricaten die nog verder verwerkt moeten worden. Omdat prepregs reeds gedeeltelijk uitgehard zijn, moeten ze bewaard worden bij lage temperaturen, bijvoorbeeld in een diepvries, om te verhinderen dat ze volledig zouden uitharden vooraleer het uiteindelijke productieproces van het composiet kan plaatsvinden [15].

Aan het gebruik van prepregs zijn heel wat voordelen verbonden. Zo zijn vezels die reeds voorgeïmpregneerd zijn in epoxyhars veel minder gemakkelijk te beschadigen dan droge vezels. Door het gebruik van prepregs zijn korte vezels ook veel beter gedispergeerd in de matrix. Een ander groot voordeel is de mogelijkheid tot voorafgaande controles van de prepregs, wat veel moeilijker zou zijn bij rechtstreeks gebruik van droge vezels en epoxyhars [4].

Verschillende lagen prepreg kunnen gestapeld worden tot een laminaat met de gewenste dikte en de gewenste vezeloriëntatie. Dit laminaat wordt vervolgens in de autoclaaf gebracht. Een autoclaaf is een dikwandig afgesloten drukvat (zie Figuur 12) waarin verhitting kan plaatsvinden onder hoge druk. Door middel van deze hoge druk en hoge temperatuur tracht men een bepaald proces te starten of te beïnvloeden, in dit geval het uitharden van het prepreg laminaat. Eerst wordt het laminaat van de atmosfeer afgezonderd door middel van een vacuümzak, en vervolgens zorgt een optimale combinatie van temperatuur, druk en vacuüm ervoor dat de polymeermatrix gaat vernetten en uitharden, zodat een composietplaat van hoge kwaliteit bekomen wordt, met zeer lage porositeit en een hoog vezelvolumegehalte [1].



Figuur 12: Autoclaaf

3.1.1. Vlasvezel-epoxyplaat

Het eerste composiet dat geproduceerd wordt is een epoxyhars versterkt met vlasvezels. De prepreg die gebruikt werd voor het maken van dit composiet is afkomstig van Lineo. De vlasvezels werden door Lineo voorzien van een gepatenteerde sizing om de binding tussen vezel en matrix te verbeteren en de waterabsorptie te verminderen. Het epoxyhars is van het type Araldite LY 5150 met uithardingsproducten Aradur 5021 en hardener XB 3471. De gewichtsverhouding Araldite-Aradur is 100/14 en de gewichtsverhouding Araldite-Hardener is 100/5. De voornaamste eigenschappen van vezel en matrix worden hieronder weergegeven [¹⁶].

Vlasvezel:

- Treksterkte: 500-900 MPa
- E-modulus: 50-70 GPa
- Vezeldiameter: 10-20 μm
- Densiteit: 1,5 kg/dm^3

Epoxy Araldite LY5150:

- Treksterkte: 68-78 MPa
- E-modulus: 3,52 MPa
- Maximale rek: 2-3%
- Densiteit: 1,15 g/cm^3

Voor men kan beginnen met het maken van composieten, is het belangrijk dat de werkplaats gezuiverd wordt met isopropanol. Vuil en vet kunnen immers de kwaliteit van het composiet sterk verminderen, zowel tijdens de voorbereiding als in de autoclaaf zelf.

Eerst moet de prepreg in het juiste formaat gesneden worden. De verwarmingsplaat in de autoclaaf heeft als dimensies 65 cm x 21 cm, dus de maximaal mogelijke afmetingen van het composiet zijn 54 cm x 15 cm. Er is immers nog ruimte nodig langs de zijkanten van de plaat om later andere materialen vast te hechten.

De lagen prepreg worden vervolgens gestapeld tot een laminaat. Dit laminaat wordt aangeduid met notatie $[x]_y$, waarbij x de oriëntatie van de vezels is en y het aantal lagen prepreg. Voor deze masterproef werden $[0^\circ]_9$ en $[0^\circ]_{13}$ laminaten gemaakt. Vermits alle vezels in dezelfde richting georiënteerd, namelijk de 0° -richting, zijn spreekt men ook van unidirectionele laminaten of UD-laminaten.

Het $[0^\circ]_9$ laminaat, bestaande uit 9 lagen prepreg met de vezels georiënteerd volgens de 0° richting en een dikte van 2 mm, zal na uitharden gebruikt worden voor dempingsmetingen. Er werden 9 lagen gebruikt omdat een dikte van 2 mm het meest geschikt is om dempingsmetingen uit te voeren met akoestische golfexcitatie, wat later in dit hoofdstuk nog besproken zal worden.

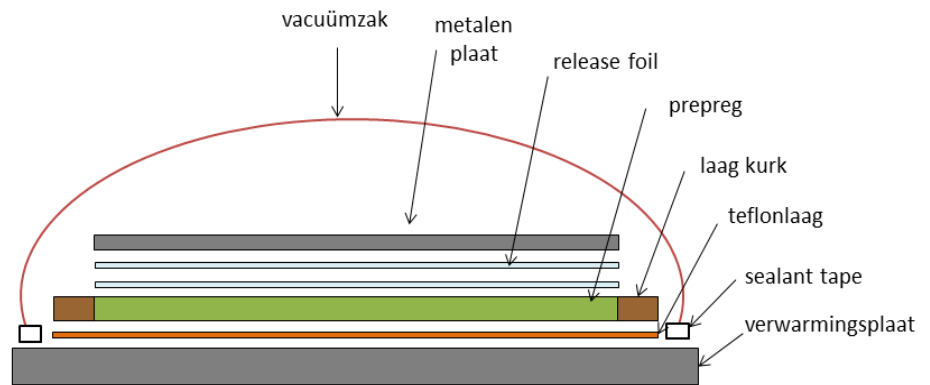
Het $[0^\circ]_{13}$ laminaat, bestaande uit 13 lagen prepreg met vezels volgens de 0° richting en een dikte van 3 mm, zou oorspronkelijk gebruikt worden om buigproeven uit te voeren. Achteraf werd de $[0^\circ]_9$ composietplaat na de dempingsmetingen ook gebruikt voor de buigproeven, zodat exact hetzelfde materiaal gebruikt werd om zowel het dempingsgedrag als de vezel-matrix adhesie na te gaan. Dit vergemakkelijkt de onderlinge vergelijking van de resultaten. De $[0^\circ]_{13}$ composietplaat kon wel gebruikt worden om bepaalde proeven eerst uit te testen.

In een volgende stap wordt een laagje teflon op de verwarmingsplaat van de autoclaaf gelegd, zodat het laminaat niet aan de plaat zou blijven kleven. Aan de rand van dit laagje teflon wordt een thermokoppel vastgehecht, dat een feedback-lus vormt om de temperatuur in de autoclaaf te regelen. Het laminaat wordt bovenop de teflonlaag gelegd.

Opdat het laminaat niet zou kleven aan de mal en de vacuümzak, worden er op het laminaat twee lagen 'release foil' of aftrekfolie gelegd. Bovenop de aftrekfolie wordt nog een aluminium plaat gelegd, zodat na het uitharden een composiet met een zo glad en effen mogelijk oppervlak bekomen wordt. Na het plaatsen van de folie en de plaat wordt er rondom het laminaat een laag kurk geplaatst van ongeveer 1 cm breed. De kurk moet verhinderen dat vloeibaar geworden hars zou wegstromen tijdens het proces.

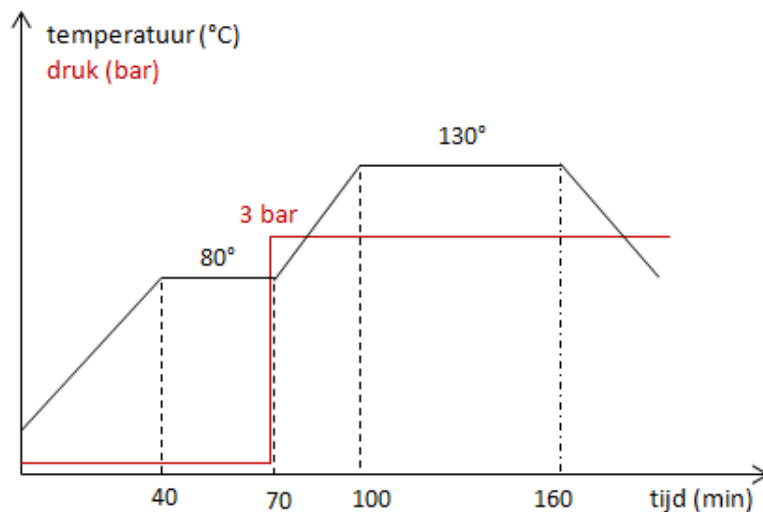
De laatste fase is het plaatsen van de vacuümzak. De afmetingen van de vacuümzak moeten groter gekozen worden dan de grootte van de composietplaat. In dit geval werden de afmetingen 90 cm x 45 cm gekozen. De vacuümzak wordt vervolgens met sealant tape vastgemaakt aan de randen van de verwarmingsplaat, zodat nergens nog kleine openingen aanwezig zijn waarlangs lucht kan binnentreden. Vervolgens wordt de zak vacuüm gezogen met behulp van een vacuümpomp. Indien na een halfuur het vacuüm nog steeds intact is, kan het geheel in de autoclaaf geplaatst worden. Tenslotte wordt de autoclaaf afgesloten waarna het uithardingsproces van het composietlaminaat kan beginnen, door het doorlopen van een temperatuur- en drukcyclus.

De volledige stapeling in de autoclaaf wordt afgebeeld in Figuur 13.



Figuur 13: Stapeling in autoclaaf voor vlasvezel-epoxy composieten

De autoclaaf wordt op hoge temperatuur gebracht door warmteweerstand. Hiervoor wordt gebruikt gemaakt van een PWM-systeem, wat staat voor 'pulse width modulator'. Een PID-controller berekent het verschil tussen de gemeten temperatuur en het gewenste setpoint en probeert vervolgens deze fout te minimaliseren door het PWM-systeem bij te sturen.



Figuur 14: Cyclus voor vlasvezel-epoxy composieten

Figuur 14 geeft de temperatuur- en drukcyclus weer die de autoclaaf doorloopt. In het eerste stadium wordt de autoclaaf in 40 minuten opgewarmd tot 80°C, en vervolgens 30 minuten op deze temperatuur gehouden. Na 30 minuten wordt stikstof toegevoegd met een druk van 3 bar. Er mag in geen geval zuurstof toegevoegd worden vermits dit in combinatie met de hoge temperatuur zeer explosief kan zijn. In het tweede stadium van de temperatuurcyclus stijgt de temperatuur tot 130° om opnieuw constant te blijven, deze keer voor 60 minuten. Na dit stadium is de cyclus afgelopen en kan de autoclaaf beginnen afkoelen. Hierbij kan dan wel overgeschakeld worden van inerte stikstof naar zuurstof [17].

3.1.2. Koolstofvezel-epoxyplaat

De volgende composietplaat bestaat uit M55J koolstofvezels ingebed een M18 epoxyhars. Het vezeloppervlak van de koolstofvezels werd behandeld met sizing 50B van Toraycfa om een betere interactie te bekomen tussen vezel en matrix. De voornaamste eigenschappen van vezel en matrix worden hieronder weergegeven: [18][19]

Koolstofvezel M55J:

- Treksterkte: 4,02 MPa
- E-modulus: 540 GPa
- Vezeldiameter: 5 μ m
- Densiteit: 1,91 g/cm³

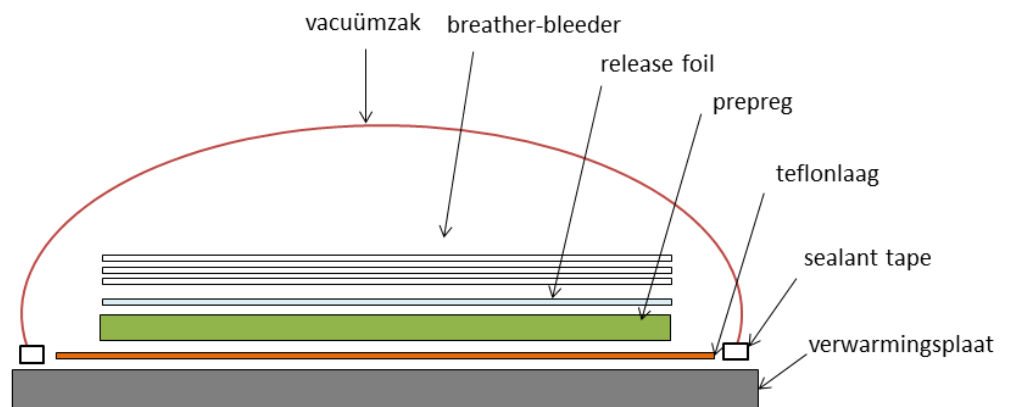
Epoxyhars M18:

- Treksterkte: 81,1 MPa
- E-modulus: 3,50 GPa
- Maximale rek: 3,7 %
- Densiteit: 1,16 g/cm³

De werkwijze is bijna volledig analoog. Eerst wordt prepreg in de juiste afmetingen gesneden (54 x 15 cm) en gestapeld tot een unidirectioneel [0°]₁₈ laminaat, bestaande uit 18 lagen prepreg met de vezels gelegen in de 0° richting. Vervolgens wordt de verwarmingsplaat van de autoclaaf bedekt met een teflonlaag, waaraan het thermokoppel wordt vastgehecht. Het laminaat wordt boven op deze teflonlaag gelegd. Net zoals bij vlasvezels komt er bovenop het laminaat een laag aftrekfolie opdat het laminaat niet zou kleven aan de mal en de vacuümzak.

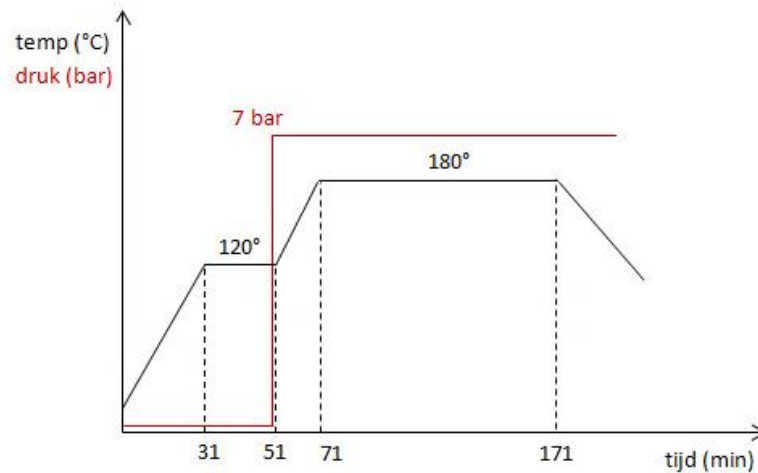
In tegenstelling tot het voorbereidingsproces van de vlasvezelversterkte composieten, waar een aluminiumplaat bovenop het laminaat wordt geplaatst, worden hier 3 lagen breather-bleeder op het laminaat geplaatst. Hierbij is het niet nodig om een laag kurk te plaatsen. Figuur 15 geeft de volledige stapeling in de autoclaaf weer.

Het plaatsen van de vacuümzak verloopt wel volledig analoog. De gekozen afmetingen bedragen eveneens 90 cm x 45 cm, en de vacuümzak wordt met sealant tape vastgemaakt aan de randen van de plaat zodat nergens nog kleine openingen aanwezig zijn waarlangs lucht kan binnentreden. Vervolgens wordt de druk in de vacuümzak gebracht tot ongeveer 0,1 bar met een vacuümpomp. Het geheel wordt tenslotte in de autoclaaf geplaatst, zodat de druk- en temperatuurcyclus kan doorlopen worden om het laminaat uit te harden.



Figuur 15: Stapeling in autoclaaf voor koolstofvezel-epoxy composieten

Figuur 16 geeft de temperatuur- en drukcyclus weer die de autoclaaf doorloopt. In het eerste stadium wordt de autoclaaf opgewarmd van 25° tot 120°C in 31 minuten. Vervolgens wordt deze temperatuur 20 minuten constant gehouden. Hierna wordt stikstof met een druk van 7 bar toegevoegd. In het tweede stadium van de temperatuurcyclus stijgt de temperatuur van 120° naar 180° in 20 minuten, om dan opnieuw constant gehouden te worden gedurende 100 minuten. Na deze fase kan de autoclaaf beginnen afkoelen. Hierbij wordt ook overgeschakeld van inerte stikstof naar zuurstof [20].



Figuur 16: Cyclus voor koolstofvezel-epoxy composieten

3.2. Dempingsgedrag

3.2.1. Begrip demping

Een trilling of oscillatie is de periodieke beweging van een object dat telkens terugkeert naar een bepaalde positie binnen een vast tijdsinterval. Trillingen worden vaak veroorzaakt door de verstoring van een stabiele evenwichtsituatie. Deze beschrijving geldt voor ideale systemen, waar de oscillatie oneindig blijft doorgaan onder invloed van een terugdrijvende kracht.

In werkelijkheid zullen niet-conservatieve krachten zoals de wrijvingskracht, de oscillatiebeweging vertragen. De mechanische energie van de beweging wordt omgezet in interne energie, zoals thermische energie, zodat het object vertraagt. De energie die op deze manier per bewegingscyclus gedissipeerd wordt is een maat voor de demping van het materiaal. Demping is met andere woorden de conversie van de mechanische energie van een vibrerend medium in thermische energie die aan de omgeving wordt afgegeven. Er zijn verschillende vormen van demping mogelijk, zoals visco-elastische demping, coulomb wrijving, demping door lucht, piezo-ëlektrische demping en magnetische hysteresis [21][22].

Damping is een belangrijke parameter voor het ontwerp van structuren waarbij vibratie zoveel mogelijk gecontroleerd moet worden [23]. Een voorbeeld waarbij een goede damping van belang is, is de tennisracket, zodat de trillingen die ontstaan door de schok bij balcontact, niet op de arm worden overgedragen. Een ander voorbeeld is de racefiets, die tijdens het fietsen op de weg onderhevig is aan allerlei trillingen. Een fietskader met slechte dempingseigenschappen absorbeert deze trillingen niet, waardoor de renner zelf alle trillingen moet absorberen wat leidt tot verminderde prestaties. Een fietskader van een materiaal met beter dempingsgedrag kan de fietser meer comfort bezorgen (Figuur 17) [24].



Figuur 17: Vlascarbon fiets van Museeuw bikes [25]

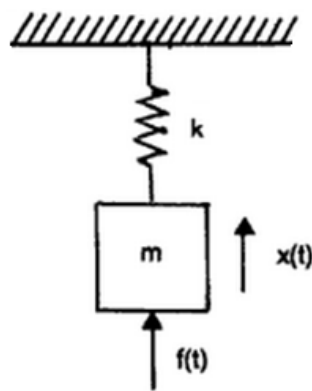
Damping van trillingen is niet alleen belangrijk in de sportwereld, maar het is ook bepalend voor de vermoeiingsweerstand. Vele industriële toepassingen zoals turbines, compressoren en assen zijn immers onderhevig aan cyclische vibraties, wat kan leiden tot vermoeiingsbreuk [23]. Ook bij bouwkundige constructies is een goede damping aangewezen om sterke vibraties zoveel mogelijk te vermijden. Een bekend voorbeeld is de Tacoma Narrows Bridge, die hevig is beginnen oscilleren door hoge winden waardoor ze het uiteindelijk begaf.

Interne damping van materialen kan ook geluidsoverlast verminderen. Door een goede keuze van materialen is het mogelijk constructies te ontwerpen die stiller functioneren. Bepaalde materialen zoals staal en aluminium bijvoorbeeld, hebben zo'n lage interne damping, dat ze door hun resonantiegedrag voor geluidshinder zorgen. Door deze structuren in contact te brengen met een goed dempend materiaal is het ook mogelijk de geluidshinder te controleren [26].

3.2.2. Dampingsystemen

Ongedempt systeem

Alle materialen worden gekenmerkt door een zekere massa en stijfheid. Deze eigenschappen worden gebruikt om de vibratie van een materiaal weer te geven in een fysisch model. Op basis van deze twee eigenschappen kan een materiaal namelijk voorgesteld worden door een ideaal systeem met 1 vrijheidsgraad, bestaande uit een massa m ondersteund door een massaloze veer met stijfheid of veerconstante k . Dit systeem wordt geïllustreerd in Figuur 18.



Figuur 18: Ongedempt systeem [27]

De bewegingsvergelijking kan op de volgende manier geschreven worden:

$$m \frac{d^2x(t)}{dt^2} + k x(t) = f(t)$$

In deze formule is $x(t)$ de verplaatsing vanaf de evenwichtspositie en $d^2x(t)/dt^2$ de versnelling. $f(t)$ is de excitatie of de drijvende kracht voor de oscillatiebeweging. Bijgevolg wordt $x(t)$ ook de responsie op excitatie genoemd. De eenvoudige harmonische excitatie met $f(t)$ een sinusoidale golf, is de meest gebruikte excitatie om trillingen te beschrijven:

$$f(t) = F \sin(\omega t)$$

In deze uitdrukking is ω de hoekfrequentie van de vibratie, uitgedrukt in radialen per seconde. Deze hoekfrequentie is gelijk aan het product van 2π met de frequentie f van de vibratie. De oplossing voor de bewegingsvergelijking wordt de responsie genoemd:

$$x(t) = \frac{F \sin(\omega t)}{k - m\omega^2}$$

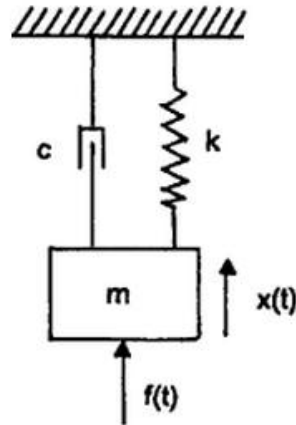
Bij de frequentie $\omega_0 = \sqrt{k/m}$ wordt de responsie $x(t)$ oneindig. Dit fenomeen wordt resonantie genoemd en treedt op wanneer de veerkracht (kx) de inertiekracht ($-m\omega^2x$) balanceert. Excitatie bij de resonantiefrequentie kan zelfs leiden tot het falen van grote constructies zoals bruggen en machines. Bij meer complexe modellen treedt er meer dan 1 resonantiefrequentie op. De laagste frequentie wordt dan de fundamentele resonantiefrequentie genoemd. Elke resonantiefrequentie of eigenfrequentie heeft een specifieke vibratiemode of eigenmode. Dit is een vervormingspatroon dat ook afhankelijk is van de afmetingen en de eigenschappen van het materiaal.

Gedempt systeem

Door de vele problemen met vibratie, vooral bij excitatie dicht bij de eigenfrequenties, wil men liefst materialen met een zo laag mogelijke responsie, dus met een goed dempingsgedrag. Er zal een extra term toegevoegd worden aan het ongedempte model om het dempingsgedrag van materialen in rekening te brengen.

Er zijn 2 types van demping gekend, namelijk actieve en passieve demping. Bij actieve demping worden sensoren gebruikt, die op elk moment de responsie meten en een signaal geven aan de actuatoren om krachten op te leggen, tegengesteld aan de responsie. Bij passieve demping worden materialen gekozen die door vervorming zelf krachten uitoefenen om de responsie tegen te gaan. Een eenvoudig en vaak toegepast model om demping van materialen te beschrijven, is lineair viskeuze demping. Naast de massa (m) en stijfheid (k) wordt nu een derde materiaaleigenschap toegevoegd, namelijk de dempercoëfficiënt c . Zoals de stijfheid in het model wordt weergegeven door een veer, wordt de dempercoëfficiënt weergegeven door een viskeuze demper. Figuur 19 geeft een ideaal systeem weer met 1 vrijheidsgraad

Een demper is een cilinder met daarin een viskeuze vloeistof die door kleine openingen kan stromen. In de cilinder bevindt zich ook een zuiger die op en neer beweegt. De weerstand van de vloeistof zorgt voor een tegengestelde kracht die de vibratie dempt. Deze kracht is evenredig met de snelheid waarmee de vloeistof door de openingen stroomt. Deze evenredigheidsfactor is de eerder genoemde dempercoëfficiënt of demping c .



Figuur 19: Gedempt systeem [27]

De bewegingsvergelijking voor dit model is te schrijven als de balans tussen de opgelegde kracht $f(t)$ en de som van de inertiekracht, de veerkracht en de dempingskracht:

$$m \frac{d^2x}{dt^2} + c \frac{dx}{dt} + kx = f(t)$$

Vrije vibratie van een systeem treedt op als een materiaal tot oscillatie gebracht wordt door een initiële input en daarna vrij kan bewegen. Het mechanisch systeem zal dan vibreren bij een of meerdere van zijn natuurlijke frequenties en uitdempen tot de beweging stopt. Een voorbeeld is een kind op een schommel, dat even geduwd moet worden zodat de beweging start, en het vervolgens vrij laten schommelen tot de schommel weer stilstaat. De initiële input is in feite een zeer korte gedwongen vibratie. Om het oscillatiegedrag van deze korte gedwongen vibratie te beschrijven, kan de eenvoudige harmonische oscillatie toegepast worden.

In dit geval is $f(t)$ opnieuw een sinusoidale functie:

$$f(t) = F \sin(\omega t)$$

De bewegingsvergelijking kan vervolgens opgelost worden naar $x(t)$. Deze oplossing geeft de stationaire toestand weer nadat de overgangstoestand is uitgestorven.

$$x(t) = \frac{F \sin(\omega t - \varphi)}{\sqrt{(k - m\omega^2)^2 + (c\omega)^2}}$$

$$\tan(\varphi) = \frac{c\omega}{k - m\omega^2}$$

Na deze korte initiële input, begint de eigenlijke vrije vibratie van het systeem. Het systeem kan vrij bewegen bij zijn natuurlijke frequentie en gaat langzaam uitdempen tot de beweging stopt. Bij vrije vibratie is $f(t)$ bijgevolg gelijk aan nul.

$$m \frac{d^2x}{dt^2} + c \frac{dx}{dt} + kx = 0$$

Om deze differentiaalvergelijking op te lossen zijn er twee randvoorwaarden nodig. De responsie x en de snelheid dx/dt zijn beiden nul bij de start op tijdstip $t = 0$.

$$x(t = 0) = 0$$

$$\frac{dx}{dt}(t = 0) = 0$$

Deze vergelijking is een tweede orde homogene gewone differentiaalvergelijking. Als alle parameters (massa, stijfheid, dempercoëfficiënt) constanten zijn, is deze vergelijking een homogene differentiaalvergelijking met constante coëfficiënten. De responsie $x(t)$ kan berekend worden via de oplossingen van de karakteristieke veelterm van deze differentiaalvergelijking:

$$m z^2 + c z + k = 0$$

$$z = \frac{-c \pm \sqrt{c^2 - 4mk}}{2m}$$

Vermits de ongedempte natuurlijke frequentie ω_0 gegeven wordt door $\sqrt{k/m}$, dan kan de kritische demping vervolgens gedefinieerd worden door:

$$c_c = 2m\omega_0 = 2\sqrt{km}$$

En de dempingsverhouding (*damping ratio*) kan gedefinieerd worden door:

$$\zeta = \frac{c}{c_c} = \frac{c}{2\sqrt{km}}$$

Bijgevolg kan de oplossing voor de karakteristieke veelterm herschreven worden als

$\omega_0(-\zeta \pm \sqrt{\zeta^2 - 1})$, en de volledige oplossing van de differentiaalvergelijking is:

$$x(t) = A \cdot \exp\left(\left(-\zeta + \sqrt{\zeta^2 - 1}\right)\omega_0 t\right) + B \cdot \exp\left(\left(-\zeta - \sqrt{\zeta^2 - 1}\right)\omega_0 t\right)$$

Naargelang de waarde van ζ zijn er drie verschillende situaties mogelijk:

Als $\zeta = 1$ spreekt men van een kritisch gedempt systeem. De demping c is even groot als de kritische demping c_c . Fysisch betekent dit dat het systeem niet oscilleert wanneer het vanuit rust naar een niet-evenwichtspositie werd gebracht, maar dat het tracht volgens een exponentieel verloop zijn evenwichtspositie opnieuw te benaderen, zonder deze te bereiken. Er is slechts 1 oplossing voor de karakteristieke veelterm omdat $\sqrt{\zeta^2 - 1}$ gelijk is aan nul, dus bestaat de responsie $x(t)$ uit 1 term:

$$x(t) = A \cdot \exp((- \zeta)\omega_0 t)$$

Als $\zeta > 1$ is het systeem overkritisch gedempt. De demping c is in dit geval groter dan de kritische demping c_c . Fysisch betekent dit dat het systeem niet oscilleert maar gewoon terugkeert naar zijn evenwichtspositie. Er zijn twee oplossingen mogelijk voor de karakteristieke veelterm dus de responsie zal uit twee exponentiële termen bestaan:

$$x(t) = A \cdot \exp\left(\left(-\zeta + \sqrt{\zeta^2 - 1}\right)\omega_0 t\right) + B \cdot \exp\left(\left(-\zeta - \sqrt{\zeta^2 - 1}\right)\omega_0 t\right)$$

Als $\zeta < 1$ is het systeem onderdempt. De demping c is in dit geval kleiner dan de kritische demping c_c . Fysisch betekent dit dat het systeem oscillerend zal terugkeren naar zijn evenwichtstoestand. Dit betekent dat $\zeta^2 - 1 < 1$ en dat $\sqrt{\zeta^2 - 1}$ moet vervangen worden door zijn imaginair getal, namelijk $\sqrt{1 - \zeta^2} \cdot i$. De responsie $x(t)$ is bijgevolg:

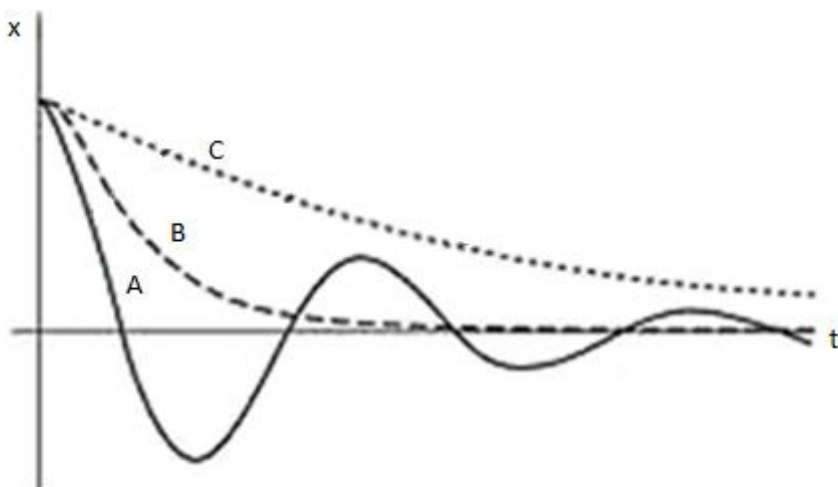
$$x(t) = (A + B) \cdot \exp(-\zeta \omega_0 t) \cdot \left[\exp\left(\sqrt{1 - \zeta^2} \cdot i \cdot \omega_0 t\right) + \exp\left(-\sqrt{1 - \zeta^2} \cdot i \cdot \omega_0 t\right) \right]$$

Uit de formule van Euler, die stelt dat $\cos(x) = (e^{ix} + e^{-ix})/2$, volgt:

$$x(t) = A_d \exp(-\zeta \omega_0 t) \cdot \cos(\omega_d t - \varphi_d)$$

In deze vergelijking is $\omega_d = \omega_0 \sqrt{1 - \zeta^2}$ de gedempte natuurlijke frequentie van het systeem. De amplitude A_d en het faseverschil φ_d volgen uit randvoorwaarden.

Figuur 20 toont de drie verschillende dempingssystemen. Systeem C geeft overdemping weer, systeem B is kritisch gedempt en systeem A tenslotte is ondergedempt [27].

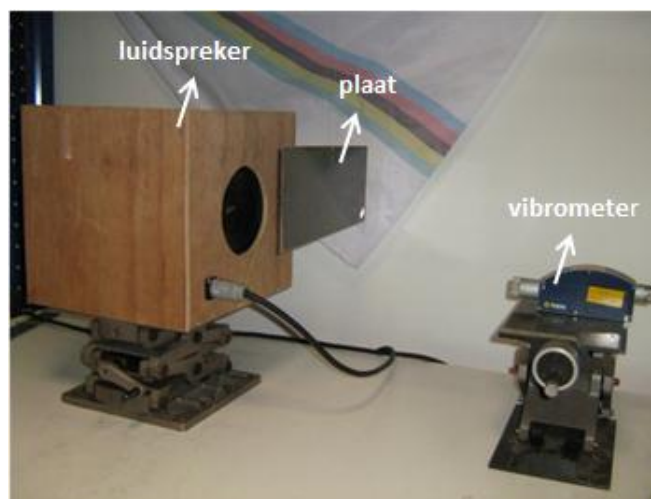


Figuur 20: Dempingssystemen [28]

3.2.3. Meetmethode

Om het dempingsgedrag te meten zal gebruik gemaakt worden van akoestische golfexcitatie. Bij deze methode maakt de te onderzoeken composietplaat geen contact met de meettoestellen, zodat de problemen vermeden worden die in een voorafgaand afstudeerwerk optraden bij gebruik van shakermethodes [24]. Bij deze shakermethodes waren immers verschillende items gehecht aan de te onderzoeken composietplaat, zoals bijvoorbeeld de accelerometer. Dit had een ongewenste invloed op het dempingsgedrag en de meetresultaten.

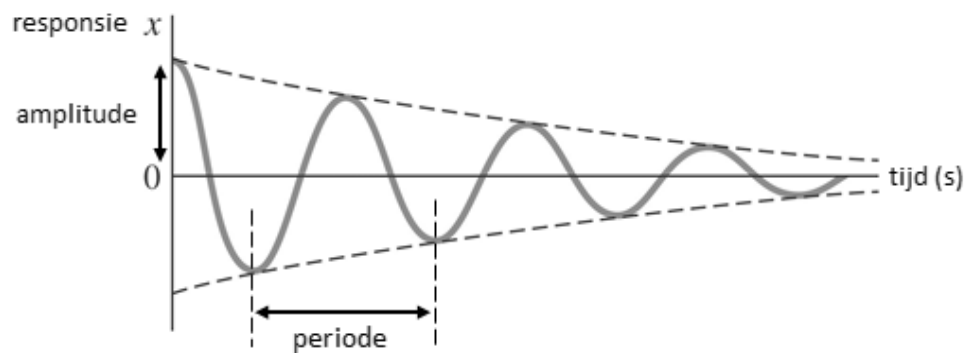
De opstelling voor akoestische golfexcitatie bestaat uit een testplaat opgehangen met nylondraad, een luidspreker op kleine afstand van de plaat en een laser vibrometer (Figuur 21). De vibrometer en de luidspreker zijn via een data acquisition card (DAQ) verbonden met de computer, waar verdere verwerking van de gemeten gegevens gebeurt met het programma Labview.



Figuur 21: Opstelling akoestische golf excitatie

Om een dempingsmeting uit te voeren, moeten sinusgolven uitgezonden worden om de testplaat in resonantie te brengen. Hiervoor moeten eerst de natuurlijke of eigen frequenties en bijhorende eigenmodes bepaald worden. Deze waarden kunnen theoretisch berekend worden met het eindig-elementen programma Abaqus, en experimenteel gecontroleerd worden door het uitzenden van witte ruis (volkomen willekeurige ruis). Vervolgens laat men de luidspreker via Labview sinusoidale golven uitzenden met de gemeten eigenfrequentie [24].

De golven bereiken de testplaat, waardoor deze gaat oscilleren volgens de bijhorende eigenmode. Het geluid wordt vervolgens abrupt stilgezet zodat de plaat gaat uitdempen. De laser vibrometer detecteert de snelheid van de verplaatsing (mm/s) in functie van de tijd. Om de responsie $x(t)$ of amplitude te kennen, moet de gemeten snelheid gedeeld worden door de pulsatie $\omega = 2\pi * \text{frequentie } f$. Dit verloop kan geplot worden als een exponentieel dalende curve in functie van de tijd, zoals weergegeven in Figuur 22.



Figuur 22: Verloop van de demping [29]

Deze meetresultaten kunnen gebruikt worden om de dempingsverhouding te berekenen. De dempingsverhouding ζ is een maat voor het dempingsgedrag van de composietplaat. Het is de verhouding van de echte demping tegenover de kritisch demping. De dempingsverhouding kan berekend worden op basis van het logaritmisches decrement δ .

$$\delta = \frac{1}{n} \ln \left(\frac{X_1}{X_{n+1}} \right)$$

In deze formule is X_1 de amplitude bij een gekozen starttijd, en X_{n+1} de amplitude bij een gekozen eindtijd. n staat voor het aantal periodes tussen de starttijd en de eindtijd, zoals aangeduid op de curve in Figuur 22. Met het logaritmisches decrement kan vervolgens de dempingsverhouding ζ berekend worden:

$$\zeta = \frac{\delta}{\sqrt{4\pi^2 + \delta^2}}$$

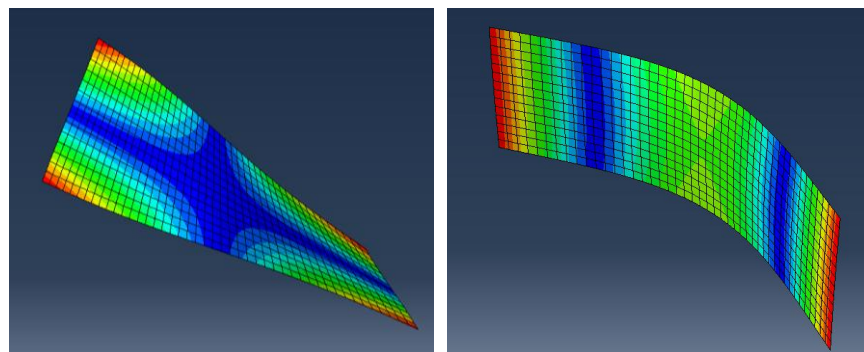
3.2.4. Damping van het vlasvezel-epoxy composiet

Eerst wordt de dempingsmeting besproken van het UD vlasvezel-epoxy composiet. De afmetingen en eigenschappen van deze plaat worden ingegeven in het eindige-elementen programma Abaqus zodat de theoretische eigenfrequenties en eigenmodes berekend kunnen worden.

De afmeting van de plaat bedraagt 445 mm x 137 mm x 2 mm. De mechanische eigenschappen werden reeds bepaald in een voorgaand afstudeerwerk [30]:

$$\begin{array}{lll} E_1 = 27200 \text{ MPa} & G_{23} = 2322 \text{ MPa} & \nu_{23} = 0,36 \\ E_2 = 5130 \text{ MPa} & G_{31} = 2322 \text{ MPa} & \nu_{31} = 0,36 \\ E_3 = 5130 \text{ MPa} & G_{12} = 2322 \text{ MPa} & \nu_{12} = 0,36 \end{array}$$

Hierbij is E de elasticiteitsmodulus, G de glijmodulus en ν de poissoncoëfficiënt. De indices verwijzen naar de verschillende richtingen: richting 1 is parallel met de vezels, richting 2 is loodrecht op de vezels in het vlak van de plaat, en richting 3 is loodrecht op de vezels en loodrecht op het vlak van de plaat. Gebruik van Abaqus geeft weer dat in theorie de torsiemode eerst optreedt bij een frequentie van 42,4 Hz, en dat vervolgens de buigmode optreedt bij een frequentie van 45,1 Hz. Deze eigenmodes worden weergegeven in Figuur 23. De blauwe zones zijn de knopen, dit zijn zones waar geen oscillatie plaatsvindt. Op deze plaatsen zal de plaat ophangen worden met nyldraad. Alle andere gekleurde zones zijn antiknopen waar wel oscillatie plaatsvindt.



Figuur 23: Torsiemode en buigmode

De eigenfrequenties worden vervolgens experimenteel bepaald door het uitzenden van witte ruis. De laser vibrometer wordt hiervoor gericht op een hoek van de plaat, want dit is voor beide eigenmodes een antiknoop gebied. Het verloop van de amplitude in functie van de tijd wordt weergegeven in Labview. Er verschijnen twee pieken in de curve die afkomstig zijn van de twee eigenmodes. De bijhorende frequenties zijn de eigenfrequenties, namelijk 41,5 Hz en 48 Hz.

De eerste eigenfrequentie zou in overeenstemming met Abaqus bij de torsiemode horen. Dit kan gecontroleerd worden door de laser vibrometer te richten op een knoop van de torsiemode, zoals op het midden van de plaat. De oscillatie in dit gebied is niet afkomstig van de torsiemode, waardoor de piek in de curve bij 41,5 Hz zou moeten verdwijnen. Deze piek verdwijnt inderdaad, wat bevestigt dat de eerste mode de torsiemode is, en de tweede mode de buigmode.

Vervolgens wordt de dempingsmeting uitgevoerd bij eerste eigenfrequentie. De plaat wordt hiervoor opgehangen in de knopen van de torsiemode, en de laser vibrometer wordt gericht op een antiknoop van de torsiemode. Vervolgens gaat de luidspreker sinusoidale golven uitzenden bij een frequentie van 41,5 Hz zodat de plaat in resonantie gebracht wordt.

Wanneer het geluid plots stilgezet wordt, kan de plaat vrij uitdempen. De snelheid van de verplaatsing (mm/s) in functie van de tijd wordt geregistreerd door de laser vibrometer. Dit verloop kan in Matlab geplot worden als een exponentieel dalende curve. Om de responsie $x(t)$ of amplitude te kennen, moet de gemeten snelheid gedeeld worden door de pulsatie $\omega = 2\pi \cdot \text{frequentie } f$.

Vervolgens wordt een starttijd t_1 en een eindtijd t_2 gekozen met bijhorende beginsnelheid V_1 en eindsnelheid V_2 . De periode n is dan het product van de eigenfrequentie en het verschil tussen de eindtijd en de starttijd.

$$\delta = \frac{1}{n} \ln\left(\frac{V_1}{V_2}\right) \quad \text{en} \quad \zeta = \frac{\delta}{\sqrt{4\pi^2 + \delta^2}}$$

Vermits de snelheid gelijk is aan de amplitude vermenigvuldigd met $2\pi f$, is de verhouding van de beginsnelheid op de eindsnelheid V_1/V_2 gelijk aan de verhouding van de beginamplitude op de eindamplitude A_1/A_2 . Met deze verhouding en de waarde van periode n kan het logaritmisches decrement δ en de dempingsverhouding ζ berekend worden.

Onderstaande tabel geeft de vijf meetresultaten weer voor de eerste eigenfrequentie (41,5 Hz). Het logaritmisches decrement δ is gemiddeld $0,07135 \pm 0,00037$ en de dempingsverhouding ζ is gemiddeld $0,01135 \pm 0,00006$.

Tabel 1: Demping van de vlasvezel-epoxyplaat bij 41,5 Hz

	t_1 [s]	V_1 [mm/s]	t_2 [s]	V_2 [mm/s]	N	δ	ζ
1	6,87410	11,99990	7,69300	1,04880	33,98435	0,07172	0,01141
2	3,73970	11,88140	4,55900	1,06790	34,00095	0,07086	0,01128
3	14,24290	12,16020	15,06200	1,06950	33,99265	0,07151	0,01138
4	7,45660	12,02970	8,27560	1,07510	33,98850	0,07105	0,01131
5	4,37180	12,78740	5,21400	1,04710	34,95130	0,07160	0,01139

Op analoge manier wordt de dempingsproef van het vlasvezelversterkte composiet uitgevoerd bij de tweede eigenfrequentie (48 Hz). Het logaritmisches decrement δ is hier gemiddeld $0,04966 \pm 0,00029$ en de dempingsverhouding ζ is gemiddeld $0,00790 \pm 0,00005$.

Tabel 2: Demping van de vlasvezel-epoxyplaat bij 48 Hz

	t_1 [s]	V_1 [mm/s]	t_2 [s]	V_2 [mm/s]	N	δ	ζ
1	9,17620	11,87930	10,19780	1,03440	49,08788	0,04973	0,00791
2	20,15150	12,10840	21,17330	1,07670	49,09749	0,04929	0,00784
3	17,93560	12,30350	18,97830	1,01930	50,10174	0,04971	0,00791
4	8,48990	12,25150	9,53280	1,02560	50,11135	0,04950	0,00788
5	8,22100	12,07550	9,22220	1,08630	48,10766	0,05006	0,00797

3.2.5. Damping van het koolstofvezel-epoxy composiet

Vervolgens wordt de dempingsmeting besproken van het UD koolstofvezel-epoxy composiet. De afmetingen en eigenschappen van deze plaat worden ingegeven in Abaqus om de theoretische eigenfrequenties te berekenen. De afmeting van de plaat bedraagt 445 mm x 137 mm x 2 mm, net zoals het vlasvezelversterkte composiet, en de eigenschappen worden hieronder weergegeven:

$$\begin{array}{lll}
 E_1 = 300 \text{ GPa} & G_{23} = 2,3 \text{ GPa} & \nu_{23} = 0,380 \\
 E_2 = 6,3 \text{ GPa} & G_{31} = 4,3 \text{ GPa} & \nu_{31} = 0,002 \\
 E_3 = 6,3 \text{ MPa} & G_{12} = 4,3 \text{ GPa} & \nu_{12} = 0,320
 \end{array}$$

Berekeningen in Abaqus geven weer dat theoretisch gezien de torsiemode eerst optreedt en dan pas de buigmode, zoals ook het geval was bij de vlasvezel-epoxy plaat. Vervolgens worden de exacte eigenfrequenties experimenteel bepaald door het uitzenden van witte ruis. De torsiemode treedt inderdaad eerst op bij een eigenfrequentie van 53,9 Hz, gevolgd door de buigmode bij een eigenfrequentie van 141,8 Hz. Tabel 3 geeft de meetresultaten weer voor de eerste eigenfrequentie (53,9 Hz). Het logaritisch decrement δ is gemiddeld $0,05024 \pm 0,00047$ en de dempingsverhouding ζ is gemiddeld $0,00800 \pm 0,00007$.

Tabel 3: Damping van de koolstofvezel-epoxyplaat bij 53,9 Hz

	t_1 [s]	V_1 [mm/s]	t_2 [s]	V_2 [mm/s]	N	δ	ζ
1	8,81780	12,10140	9,73490	1,00080	49,43169	0,05042	0,00802
2	5,95520	12,11690	6,85340	1,07350	48,41298	0,05006	0,00797
3	5,95370	12,02950	6,85180	1,08970	48,40759	0,04961	0,00790
4	7,76160	12,12140	8,65980	1,03180	48,41298	0,05089	0,00810
5	7,71340	12,30530	8,61180	1,08210	48,42376	0,05021	0,00799

Tabel 4 geeft de resultaten weer voor de buigmode bij de tweede eigenfrequentie (141,8 Hz). Het logaritmisches decrement δ is gemiddeld $0,00713 \pm 0,00003$ en de dempingsverhouding ζ is gemiddeld $0,00114 \pm 0,00001$.

Tabel 4: Damping van de koolstofvezel-epoxyplaat bij 141,8 Hz

	t_1 [s]	V_1 [mm/s]	t_2 [s]	V_2 [mm/s]	N	δ	ζ
1	4,74260	12,04620	7,19720	1,00200	348,06228	0,00714	0,00114
2	3,69140	12,04580	6,15980	1,01080	350,01912	0,00708	0,00113
3	4,11600	12,04200	6,56330	1,00180	347,02714	0,00717	0,00114
4	3,45930	12,04740	5,91370	1,00890	348,03392	0,00713	0,00113
5	3,83890	12,02660	6,28610	1,00380	347,01296	0,00716	0,00114

3.2.6. Vergelijking van de resultaten

Uit de meetresultaten blijkt dat de dempingsverhouding van het vlasvezel-epoxy composiet hoger is dan de dempingsverhouding van het koolstofvezel-epoxy composiet, zowel voor de torsiemode als voor de buigmode.

Tabel 5: Overzicht resultaten

ζ	vlasvezel	koolstofvezel
torsiemode	$0,01135 \pm 0,00006$	$0,00800 \pm 0,00007$
buigmode	$0,00790 \pm 0,00005$	$0,00114 \pm 0,00001$

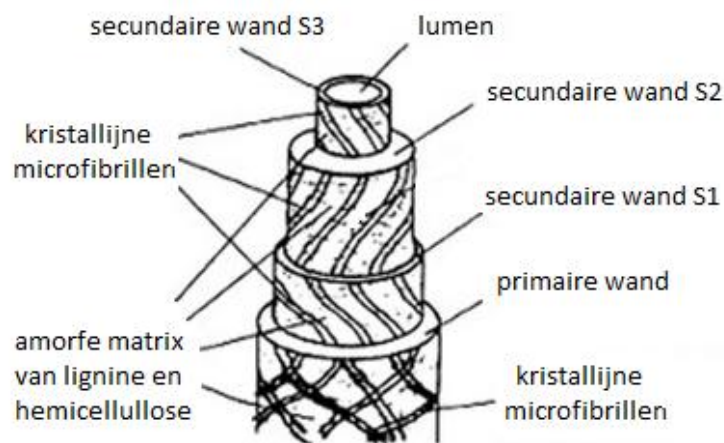
Om het resultaat van deze dempingsmetingen te kunnen verklaren, worden alle mogelijke parameters die een invloed kunnen uitoefenen, in beschouwing genomen:

- Beide composietplaten hadden bij het uitvoeren van de dempingsproef dezelfde afmetingen. De geometrie zal bijgevolg geen invloed hebben op het dempingsresultaat.
- Beide composieten zijn opgebouwd uit hetzelfde type matrix, namelijk epoxyhars. De fabrikant is echter verschillend omdat gebruik werd gemaakt van prepregs. Voor het vlasvezelcomposiet is dit een Araldite LY5150 epoxyhars, voor het koolstofvezelcomposiet is dit een M18 epoxyhars. Vermoedelijk is de invloed hiervan op het dempingsgedrag vrij beperkt.
- Voor beide composieten liggen alle vezels georiënteerd in de 0°-richting. Bovendien is de vezelvolumefractie voor de beide composieten ongeveer gelijk aan 60% volgens de datasheets van Lineo [³¹] en Torayca [¹⁸]. Doordat het productieproces echter lichtjes verschillend verliep, onder andere door het plaatsen van kurk bij de vlasvezel-epoxy composietplaat, is het mogelijk dat de vezelvolumefractie niet meer exact gelijk is voor beide composieten. Maar globaal gezien zijn de vezeloriëntatie en vezelvolumefractie voor beide platen hetzelfde, waardoor deze parameters weinig tot geen invloed kunnen hebben op het resultaat van de dempingsmetingen.
- Het type vezel is uiteraard wel verschillend: het vlasvezel-epoxy composiet bestaat uit vlasvezels behandeld met de sizing van Lineo, en het koolstofvezel-epoxy composiet bestaat uit koolstofvezels behandeld met sizing 50B.

Men kan concluderen dat het type vezel en de vezel-matrix interface (sizing of vezel-matrix adhesie) de twee voornaamste parameters die bijdragen tot het verschil in dempingsgedrag tussen het vlasvezel-epoxy en het koolstofvezel-epoxy composiet.

Eerst zal de invloed van het type vezel besproken worden. Een mogelijke verklaring is terug te vinden in de paper van Arenas et al. [³²]. Hier wordt vermeld dat vlasvezels en andere natuurlijke vezels goede geluidsabsorberende materialen zijn dankzij hun poreuze multilagen structuur. Deze interne structuur wordt weergegeven in Figuur 24. De eerste laag wordt de primaire wand van de vezel genoemd, en deze is opgebouwd uit willekeurig georiënteerde kristallijne microfibrillen die samengehouden worden door een natuurlijke lijmstof van lignine en cellulose. De secundaire wand bestaat uit drie afzonderlijke lagen, waarbij elke laag opgebouwd is uit helicoïdaal georiënteerde microfibrillen die eveneens samengehouden worden door hemicellulose en lignine. De binnenste laag van de secundaire wand omgeeft een groot hol kanaal, het lumen genoemd.

De vibraties kunnen penetreren doorheen de lagenstructuur tot in het holle lumen en de poriën, waar de aanwezige luchtmoleculen gedwongen worden om ook te vibreren. Zo gaat een deel van de energie van de luchtmoleculen omgezet worden in warmte door thermische en viskeuze verliezen aan de wanden van deze poriën en kanalen. Op deze manier zorgt de poreuze multilagenstructuur van vlasvezels voor een goede demping van geluidsvibraties. Zoals eerder vermeld kan men de vlasvezel in feite als een composietstructuur op zich beschouwd worden. Elke laag bestaat immers uit een amorfe matrix van hemicellulose en lignine, versterkt door kristallijne microfibrillen [33]. Vermits het dempingsgedrag van het vlasvezel-epoxy composiet beter is dan het dempingsgedrag van het koolstofvezel-epoxy composiet, heeft het type vezel zeker een grote invloed op het resultaat van de dempingsmetingen.



Figuur 24: Lagenstructuur van de vlasvezel [33]

De invloed van de vezel-matrix interface zal in de volgende paragrafen verder onderzocht worden. In vele wetenschappelijke artikels, zoals deze van John et al. [34], Wu et al. [35] en Kahn et al. [36], wordt een zwakke adhesie vaak gerelateerd aan een goed dempingsgedrag. Als de vezels niet sterk gehecht zijn aan de matrix, kan slip en bijgevolg wrijving optreden aan de interface. Deze wrijving zorgt voor energiedissipatie en verbetering van het dempingsgedrag. Als de adhesie tussen vezel en matrix verbetert, wordt slippen moeilijk en kan minder energie door wrijving gedissipeerd worden.

3.4. Adhesiegedrag

3.4.1. Inleiding

In dit deel wordt de invloed van de vezel-matrix interface, of anders uitgedrukt de vezel-matrix adhesie, op het dempingsgedrag van de composieten verder onderzocht.

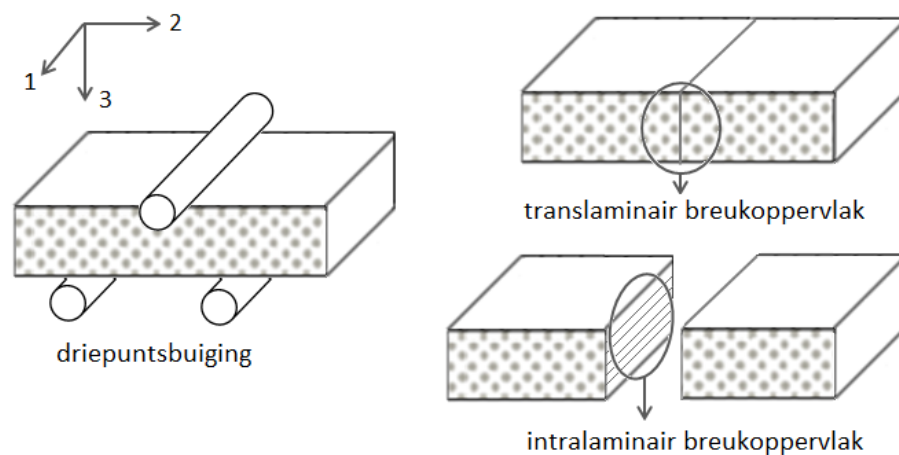
De werking van een composiet is grotendeels gebaseerd op de spanningsoverdracht tussen de polymeermatrix en de versterkende vezel. Deze overdracht van spanningen wordt bepaald door de interface tussen vezel en matrix. Om een goede overdracht toe te laten, is dus een goede hechting (of adhesie) tussen de vezels en de matrix nodig. Verbeteren van de hechting kan bekomen worden door het oppervlak van de vezels te behandelen met een sizing of coating. Deze sizing beschermt bovendien de vezels tegen schade en verbetert de impregnatie van de vezels door de matrix. Het type sizing bepaalt hoe sterk de vezels aan de matrix gehecht zijn. Een erg sterke hechting zorgt voor een sterker en stijver materiaal, maar ook voor een veel brosser materiaalgedrag [37].

Testmethoden om de adhesie tussen vezel en matrix na te gaan, kunnen onderverdeeld worden in micromechanische en macromechanische proeven. Micromechanische proeven zoals pull-out testen, worden uitgevoerd op een proefstuk met 1 enkele vezel, om de basis van spanningsoverdracht beter te kunnen begrijpen. Het nadeel van deze testen is dat ze geen idee geven van de omstandigheden bij echte composieten. Daarom zijn macromechanische testen interessanter. Deze worden uitgevoerd op echt composietmateriaal volgens gestandaardiseerde procedures. Een typische macromechanische proef die in de literatuur terug te vinden is voor het bepalen van het adhesiegedrag tussen vezel en matrix, is de driepuntsbuiging [38].

In verschillende papers zoals die van Hoecker et al. [38], Ye et al. [37] en Lawcock et al. [39] onderzocht men reeds het verschil in adhesie tussen koolstofvezelversterkte composieten met een verschillende oppervlaktebehandeling of sizing van de vezels. Hierbij werden proefstukken parallel met de vezelrichting gebroken in een driepuntsbuigproef, wat aanleiding gaf tot twee soorten breukoppervlakken: een intralaminair breukoppervlak en een translaminair breukoppervlak. Deze breukoppervlakken worden schematisch weergegeven in Figuur 25 [40]. Observatie van deze breukoppervlakken met de rasterelektronenmicroscop of SEM kan een kwalitatieve interpretatie geven van het adhesiegedrag tussen vezel en matrix.

Het intralaminair breukoppervlak toont de vezels in de langsrichting. Bij zwakke adhesie tussen vezel en matrix kunnen de vezels makkelijk loskomen van de matrix, zodat het vezeloppervlak bijna vrij zal zijn van resterend matrix-materiaal. Bij een sterke hechting zal er wel nog veel resterend matrix-materiaal aan het vezeloppervlak gehecht zijn.

Bij een translaminair breukoppervlak zijn de dwarsdoorsnedes van de vezels zichtbaar. Wanneer de breuk verloopt langs de interface tussen vezel en matrix, is de hechting zwak. Bij een sterke hechting wordt verwacht dat de breuk midden in de matrix zal optreden of eventueel dwars door de vezel.

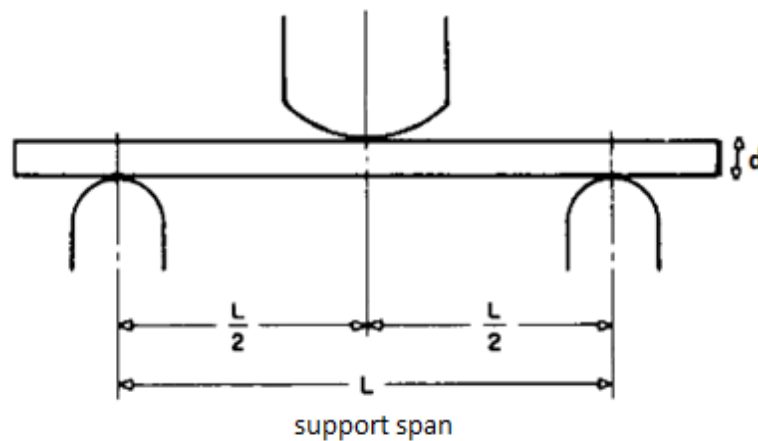


Figuur 25: Types breukoppervlakken

In de paper van Hoecker et al. [38] werd ook de buigspanning berekend uit de resultaten van de buigproef. Hoecker et al. vergeleken twee koolstofvezel-epoxy composieten die identiek waren op de sizing van de vezels na. Het composiet waarbij de vezels wel een sizing hadden gekregen, vertoonde een betere adhesie en een hogere buigspanning dan het composiet waarbij de vezels geen sizing hadden gekregen. In dit geval kon een hogere buigspanning gebruikt worden als indicatie voor een betere adhesie, vermits enkel behandeling van de vezels verschillend was. In dit hoofdstuk is het moeilijk om de buigspanning als indicatie te gebruiken, omdat ook het type vezel verschillend is. In hoofdstuk 4 zal dit wel mogelijk zijn, vermits daar vlasvezel-epoxy composieten vergeleken zullen worden waarbij enkel de sizing van de vezels verschillend is.

3.4.2. Driepuntsbuiging

Om de proefstukken te breken wordt gebruik gemaakt van een driepuntsbuiging. Bij een driepuntsbuigproef wordt een balk links en rechts ondersteund door 2 steunpunten, terwijl in het midden een belasting aangebracht wordt, zoals weergegeven in Figuur 26. In het geval van een vierpuntsbuigproef zou de belasting op 2 punten aangebracht worden in plaats van 1 punt ^[41].



Figuur 26: Driepuntsbuigproef ^[42]

Er werd gekozen voor een buigproef, vermits deze proeven relatief eenvoudig uit te voeren zijn. Er is een eenvoudig balkvormig proefstuk met evenwijdige randen voor nodig, en de nodige kracht is beperkt en eenvoudig te meten ^[1].

Indien een trekproef zou gebruikt worden, zou het volledige materiaalvolume in de te testen zone uniform belast worden. Bij een buigproef daarentegen worden slechts de buitenste lagen belast door de meest kritische spanningen. Slechts een klein volume van het volledige proefstuk is dus onderhevig aan een kritische belasting. Wanneer de kritische spanningen beperkt worden tot een kleiner volume, wordt de statistische probabiliteit dat breuk geïnitieerd wordt door inherente fouten of holtes, sterk gereduceerd ^[38].

Er kan bij het uitvoeren van buigproeven gekozen worden voor een lange balk, met een grote lengte-breedte verhouding, of voor een korte balk, met een kleine lengte-breedte verhouding. Korte balken worden gebruikt om de interlaminaire schuifsterkte te bepalen, de waarde waarbij de hechting tussen lagen onderling verbroken wordt. Omdat het de bedoeling is de adhesie tussen vezel en matrix na te gaan, zullen voldoende lange proefstukken gebruikt worden. Een lange balk vertoont na de buigproef enkel een breuk in het midden, en is niet gesplitst zoals een korte balk [1].

Voor het correct uitvoeren van de proef werd de internationale ASTM D790-03 standaard testmethode [42] toegepast. De proefstukken werden met een diamantschijf gesneden uit dezelfde composietplaten die gebruikt werden om de dempingsmetingen uit te voeren, namelijk de $[0^\circ]_9$ vlasvezel-epoxyplaat en de $[0^\circ]_{18}$ koolstofvezel-epoxyplaat. Beide platen hebben een dikte van 2 mm. Deze proefstukken moeten volgens de standaard aan bepaalde afmetingen voldoen. De breedte van het proefstuk moet 12,7 mm zijn. De afstand L tussen de twee ondersteuning (*support span*) moet 16 keer groter zijn dan de dikte van het proefstuk. In dit geval is de dikte d voor beide platen 2 mm, dus wordt een support span L van 32 mm gekozen. De overhang aan elk uiteinde moet minstens 10% van de support span bedragen en in geen geval minder dan 6,4 mm. Er werd gekozen voor een totale lengte van 10 cm omdat het de bedoeling is een buigproef uit te voeren op een lange balk, waarbij de lengte veel groter is dan de breedte.

Na het snijden van de plaat tot proefstukken met de juiste afmetingen, moeten het translaminair zijvlak van deze proefstukken eerst gepolijst worden vooraleer de buigproef effectief kan uitgevoerd worden. Polijsten zorgt voor een glad en glanzend oppervlak waardoor betere informatie over de microstructuur kan verkregen worden. Het is echter zeer belangrijk dat polijsten gebeurt vooraleer de buigproef wordt uitgevoerd. Door te polijsten na het optreden van de breuk, kunnen de scheuren immers weer dicht gewreven worden.

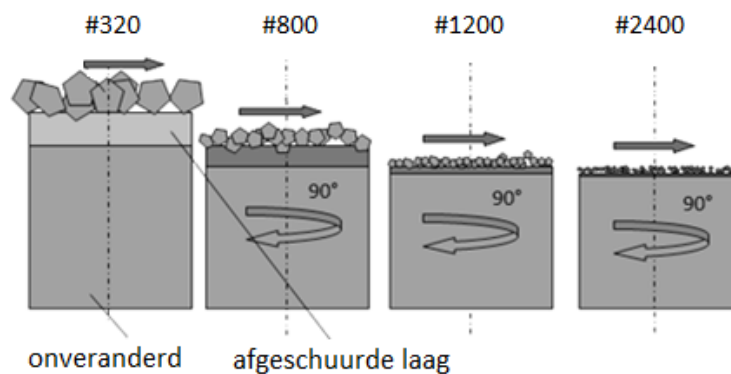
Polijsten gebeurt door het proefstuk te schuren over polijstpapier. Polijstpapier bestaat uit kleine deeltjes van een hard materiaal, SiC. De fijnheid van polijstpapier wordt aangeduid het 'mesh' getal, dat het aantal rasteropeningen aangeeft per lineaire inch. Dit betekent dat een SiC deeltje van het polijstpapier net zal passen in een opening van dit raster.

Het schuren gebeurt met een polijstmachine, waarbij het polijstpapier geplaatst wordt op roterende schijven die voorzien zijn van waterkoeling zoals in Figuur 27.



Figuur 27: Polijstdoeken en polijstmachine [43]

In de eerste stap wordt een grof #320 papier gebruikt. Het is de bedoeling het bovenste laagje van het oppervlak te verwijderen, zodat een nieuw oppervlak ontstaat met parallelle groeven in, veroorzaakt door het polijstpapier. In een volgende stap wordt het proefstuk 90° gedraaid en geschuurd met fijner #800 papier. Opnieuw wordt een laagje weggeschuurd tot de groeven van de vorige stap verdwenen zijn. De groeven op het nieuwe oppervlak zijn fijner dan de groeven uit de vorige stap. In de volgende stappen wordt dit proces herhaald met #1200, #2400 en #4000 schuurpapier. De groeven uit de laatste stap zijn zeer fijn en bijna niet meer zichtbaar, zodat een glad en vlak oppervlak wordt bekomen. De opeenvolgende polijststappen worden weergegeven in Figuur 28 [44][45][46].



Figuur 28: Polijststappen [45]

Na het polijsten van de proefstukken kan de driepuntsbuigproef uitgevoerd worden. Er wordt hierbij gebruik gemaakt van een Instron 5569 systeem. De nodige snelheid van de pijlerbalk (*crosshead speed*) kan berekend worden volgens de ASTM D790-03 standaard met de formule $R = ZL^2/6d$. Hier is R de snelheid [mm/min], L de support span [mm], d de dikte van de balk [mm] en Z de reksnelheid die gelijk genomen wordt aan 0,01 mm/mm/min. Invullen van de gekende waarden geeft een snelheid R van 0,85 mm/min.

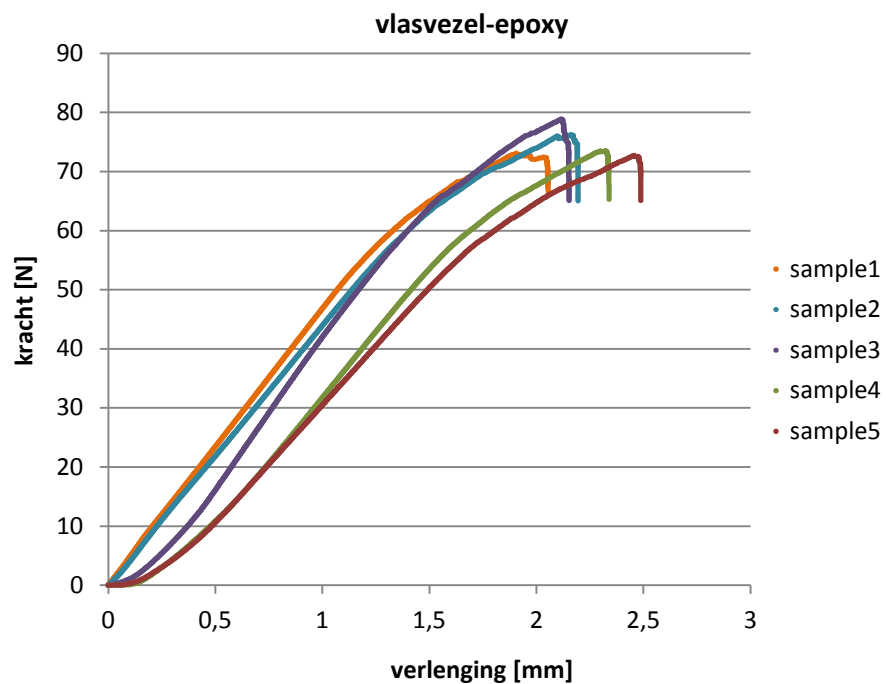


Figuur 29: Instron 5569

Bij het uitvoeren van de buigproef worden de proefstukken gebroken en wordt het verloop van de kracht geregistreerd in functie van de verlenging, waaruit de buigspanning kan berekend worden. Zoals vermeld in de inleiding, is voor de twee composieten gebruikt in dit hoofdstuk voornamelijk het kwalitatieve resultaat van belang, namelijk het bekomen van twee types breukoppervlak om de vezel-matrix adhesie microscopisch te onderzoeken. De waarde van de buigspanning kan hier moeilijk als indicatie dienen voor de vezel-matrix adhesie. Bij de paper van Hoecker et al. [38] was dit wel mogelijk, vermits daar koolstofvezel-epoxy composieten vergeleken werden die volledig identiek waren op vezel-matrix interface na. Maar voor de composieten uit dit hoofdstuk is niet enkel de vezel-matrix adhesie verschillend, maar ook het type vezel.

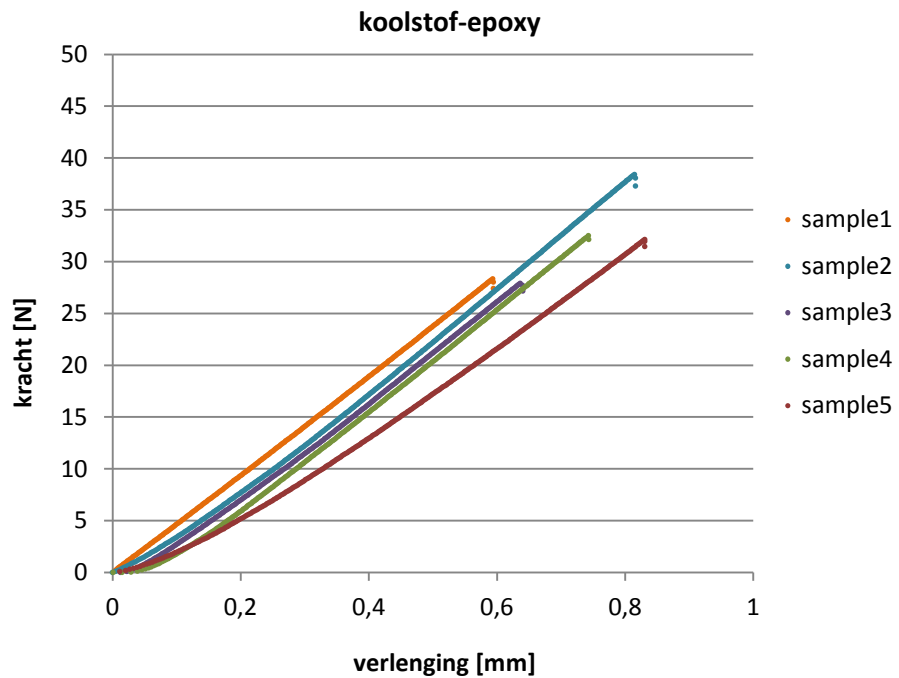
De kwantitatieve resultaten van de buigproef zijn dus van minder belang voor het onderzoek naar het adhesiegedrag, maar geven wel een beeld van de mechanische eigenschappen van deze materialen bij buigbelasting. In het volgende hoofdstuk zullen twee vlasvezel-epoxy platen vergeleken worden die volledig identiek zijn, op de sizing (adhesie) van de vezel na. In dit geval is het wel mogelijk een hogere buigspanning te gebruiken als indicatie voor een betere adhesie, analoog aan de experimenten van Hoecker et al. [38].

Figuur 30 geeft de resultaten weer voor de vlasvezel-epoxy proefstukken, uitgevoerd met een loadcel van 1 kN. De gemiddelde maximale kracht is $74,86 \text{ N} \pm 2,62$. Het eerste falen trad echter al op rond 60 N. Bij deze kracht was een krakend geluid te horen en werd een kleine scheur zichtbaar. Deze overgang is ook zichtbaar op de grafiek. Hierna neemt de helling van de curves af tot de maximale kracht bereikt wordt. Het breukoppervlak is niet glad, maar vrij uitgerafeld met uitstekende vezelbundels.



Figuur 30: Resultaat vlasvezel-epoxy composiet

Figuur 31 geeft de resultaten weer voor de buigproef op de koolstof-epoxy proefstukken, bij een loadcel van 1 kN. De gemiddelde maximale kracht bedraagt $31,87 \text{ N} \pm 4,23$. De proefstukken braken volledig bros doormidden, in tegenstelling tot de vlas-epoxy proefstukken. Dit resulteerde in een glad en effen breukoppervlak. De curves in de grafiek startten oorspronkelijk niet allemaal in het nulpunt, afhankelijk van de afstand ten opzichte van het proefstuk waarop de belasting zich bevond bij het starten van de buigproef. Om de curves in het nulpunt te doen starten, werden ze verschoven.



Figuur 31: Resultaat koolstofvezel-epoxy composiet

De buigspanning σ (in MPa) kan berekend worden met onderstaande vergelijking. Hier is P de maximale belasting op de balk in N, b de breedte van de balk in mm, d de dikte van de balk in mm en L de afstand tussen de ondersteuning (support span) in mm.

$$\sigma = 6 \frac{M}{bd^2} = \frac{6}{bd^2} \cdot \left(\frac{P \cdot L}{4} \right) = \frac{3 P \cdot L}{2 b \cdot d^2}$$

Naast de buigspanning werd ook de elasticiteitsmodulus berekend volgens de ASTM-standaard met onderstaande vergelijking. In deze uitdrukking staat m voor de helling of rico van de raaklijn aan het steilste initiële gedeelte van de kracht-verlengingscurve in N/mm.

$$E = (L^3 \cdot m) / (4 \cdot b \cdot d^3)$$

Correcte interpretatie van kwantitatieve metingen bij een buigproef is echter moeilijker. Zo is er aan de steunpunten vrij veel wrijving, en is de helling aan de steunpunten mogelijk te groot voor de lineaire theorie van buiging toe te passen. Tabel 6 geeft de meetresultaten weer voor de buigproef met een loadcel van 1 kN. Uit de resultaten blijkt dat de buigspanning van het vlasvezel-epoxy composiet veel hoger is dan de buigspanning van het koolstofvezel-epoxy composiet. De elasticiteitsmodulus of de stijfheid van het koolstofvezel-epoxy composiet is hoger, wat reeds bleek uit het brosse breukgedrag van dit composiet.

Tabel 6: Buigspanning en elasticiteitsmodulus

1 kN	vlasvezel		koolstofvezel		vlasvezel		Koolstofvezel	
	P(N)	σ (MPa)	P(N)	σ (MPa)	M	E (MPa)	m	E (MPa)
sample 1	73,0	128,9	28,3	54,1	46,7	3766,9	48,5	3906,6
sample 2	76,2	134,4	38,4	73,3	44,2	3213,1	50,6	3679,8
sample 3	78,8	139,1	27,9	53,3	50,8	3693,8	49,4	3590,1
sample 4	73,5	129,7	32,5	62,0	44,4	3231,9	49,4	3592,1
sample 5	72,7	128,3	32,1	61,4	40,0	2905,7	43,9	3195,8
gem.	74,9	132,1	31,9	60,8	45,2	3362,3	48,4	3592,9
stdev.	2,6	4,6	4,2	8,1	4,0	361,0	2,6	256,8

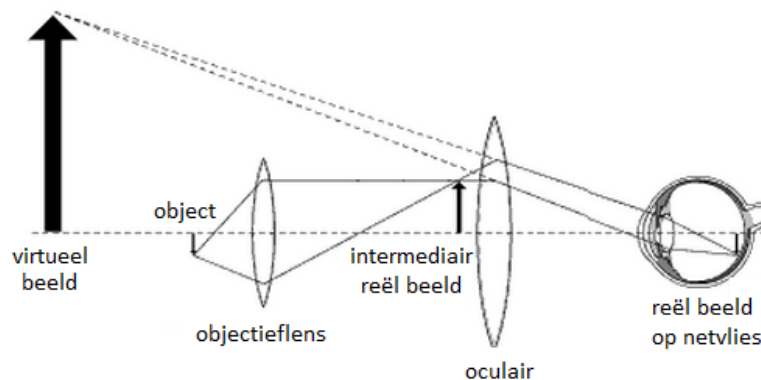
3.4.3. Microscopisch onderzoek

3.4.3.1. De lichtmicroscop

Na het uitvoeren van de buigproef kunnen het translaminare en intralaminare breukoppervlak onderzocht worden met de optische microscoop en de elektronenmicroscop. Eerst zal de meest traditionele microscoop besproken worden, namelijk de lichtmicroscop.

De lichtmicroscop maakt gebruik van licht om een vergroot beeld te vormen van een object en vormt de basis voor microstructureel onderzoek. De werking van deze microscoop is gebaseerd op de principes van de optica, en wordt daarom ook optische microscoop genoemd.

Lichtstralen afkomstig van het object convergeren door de objectieflens en vormen een intermediair reëel beeld. Dit is een vergroot en omgekeerd beeld van het object dat verschijnt aan de achterkant van de lens. Het oculair focust vervolgens dit intermediair beeld op het netvlies tot een tweede reëel beeld. Het netvlies geeft dit beeld door aan de hersenen. De hersenen creëren dan de perceptie van een virtueel beeld. Een virtueel beeld lijkt zich voor de lens te bevinden, maar het kan niet meer geprojecteerd worden op een film of nog gebruikt worden door een andere lens. De vergroting van het virtuele beeld is gelijk aan de vergroting door de objectieflens vermenigvuldigd met de vergroting door het oculair [47]. De werking van de lichtmicroscop wordt afgebeeld in Figuur 32.



Figuur 32: Werking lichtmicroscop [47]

3.4.3.2. De elektronenmicroscop

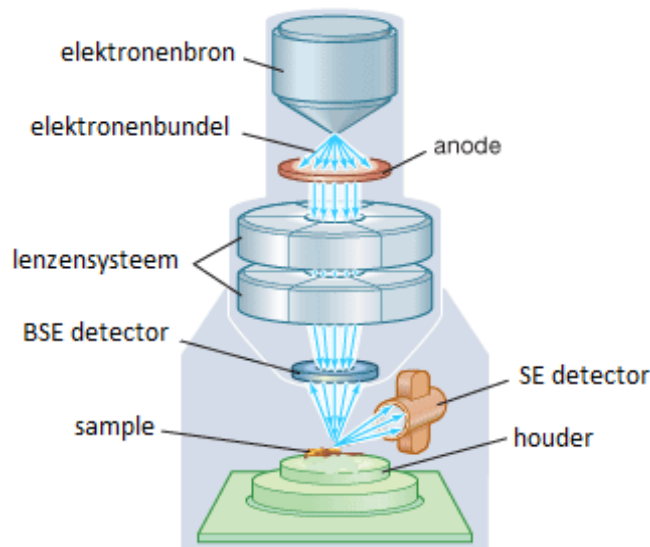
Bij elektronenmicroscopie wordt gebruik gemaakt van elektronen in plaats van licht om vergrote beelden te bekomen. Een typische elektronenmicroscop om breukoppervlakken te onderzoeken, is de rasterelektronenmicroscop of SEM (*scanning electron microscope*), zoals afgebeeld in Figuur 33. Bij een SEM tast een elektronenbundel het oppervlak van een monster af volgens een beeldraster. De elektronen reageren met het oppervlak waardoor X-stralen, secundaire elektronen of (SE of *secondary electrons*) en teruggestrooide elektronen (BSE of *backscattered electrons*) geproduceerd worden. Verschillende detectoren vangen deze signalen op zodat de samenstelling van het oppervlak kan weergegeven worden [45][48].



Figuur 33: Scanning electron microscope [49]

Het grote verschil tussen een SEM en een gewone optische microscoop, is dus de manier waarop het beeld gevormd wordt. Bij een optische microscoop is elk punt van het te onderzoeken oppervlak gelijktijdig betrokken in de beeldvorming, maar bij een SEM scant een smalle elektronenbundel het oppervlak volgens een bepaald raster zodat een beeld wordt gevormd op sequentiele wijze, te vergelijken met een beeld op televisie.

Een SEM is opgebouwd uit 4 systemen, zie Figuur 34. Het beeldvormend systeem bestaat uit een elektronenbron, condensor lenzen en objectief lenzen, die zorgen voor focus van de elektronenbundel. Het informatief systeem bestaat uit het te onderzoeken monster en detectoren die de geproduceerde signalen moeten opvangen. Het weergavesysteem is een kathode stralingsbuis die de opgevangen data verwerkt tot een beeld. Tenslotte is er het vacuüm gedeelte dat de gassen verwijderd die anders zouden kunnen interfereren met de elektronenbundel [40][45].



Figuur 34: Opbouw SEM [50]

Het meest cruciale onderdeel is de elektronenbron (*electron gun*) vermits de elektronen aan hoge snelheid worden afgeschoten op het monsteroppervlak. Een thermo-ionisch elektronenbron maakt gebruik van een wolframfilament (W) of een lathanidetip (LaB_6) als kathode. Wanneer er stroom wordt aangelegd, warmt deze kathode op. Hierdoor krijgt een fractie van de elektronen voldoende energie om de energiebarrière te overwinnen en uitgezonden te worden. Deze elektronen gaan vervolgens versnellen onder invloed van het potentiaalverschil tussen de kathode en de anode. Bij een veld-emissie elektronenkanon (*field emission gun*) is geen thermische energie nodig. Een bijkomende drukkingselektrode (*suppressor electrode*) veroorzaakt een voldoende sterk elektrisch veld dat de elektronen vooruit duwt [51].

De uitgezonden elektronenbundel is divergent en moet herleid worden door de condensorlenzen tot een parallelle bundel. De werking van deze lenzen is gebaseerd op magnetisme: de lens bestaat uit 2 symmetrische polen met in het midden een koperen spoel. Wanneer de divergerende elektronen door het centrum van de spoel gaan, duwt de Lorentz kracht hen terug naar de optische as. Zo wordt de dwarse doorsnede van de elektronenbundel of de cross-over geminimaliseerd en kan er beter gefocust kan worden. De objectieflens focust tenslotte de elektronenbundel tot een stip (*spot*) op het monsteroppervlak. Boven de objectieflens zijn er twee afbuigspoelen die zorgen dat de elektronenbundel het oppervlak aftast volgens een rasterpatroon. De afstand tussen de finale opening waar de elektronenbundel doorgaat en het monsteroppervlak, wordt de werkafstand (*working distance*) genoemd [52].

De primaire elektronen van de elektronenbundel kunnen tijdens het aftasten elastisch botsen met de oppervlakteatomen, waardoor ze bijna geen energie verliezen. Deze elektronen worden bijgevolg teruggestrooide elektronen of BSE (*backscattered electrons*) genoemd.

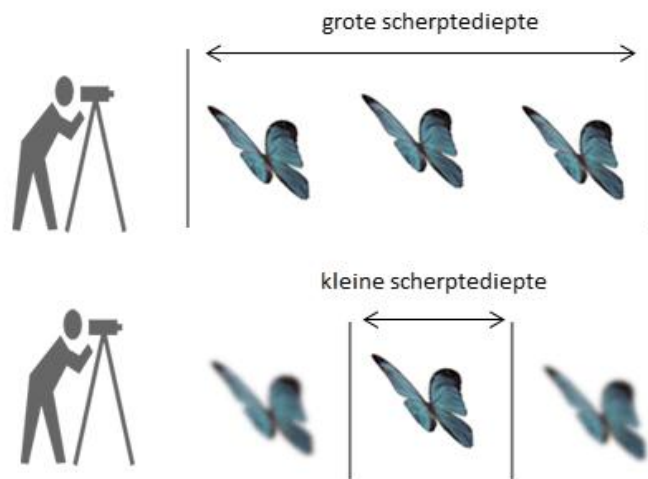
Primaire elektronen kunnen ook inelastisch botsen met de atomen van het oppervlak. Een deel van de energie van een primair elektron wordt dan overgedragen naar een elektron uit het atoom met een lagere energie, zoals elektronen uit de buitenste schil. Hierdoor krijgen deze elektronen voldoende energie om de ionisatiepotentialiaal te overwinnen en het atoom te verlaten. Deze inelastisch geëxciteerde elektronen worden secundaire elektronen (SE) genoemd. Ze hebben een lagere energie dan de teruggestrooide elektronen en volgen een afwijkend pad.

Omdat teruggestrooide elektronen door de elastische botsing weinig van hun pad afwijken, bevindt de cirkelvormige BSE detector zich recht boven het sample. De BSE detector geeft een contrast in chemische compositie, gebaseerd op het verschil in atoomnummer, omdat teruggestrooide elektronen afkomstig zijn uit diepere lagen van het oppervlak. Secundaire elektronen daarentegen beschrijven een afwijkend pad, vandaar dat de SE detector zich schuin boven het monster bevindt. De SE detector geeft een contrast in oppervlaktetopografie omdat secundaire elektronen afkomstig zijn uit de bovenste laag van het oppervlak. Oppervlaktefacetten gericht naar de detector zullen een lichte kleur hebben in het gevormde beeld [53][40].

Resolutie en scherptediepte

Hoe goed de beelden van een microscoop zijn, wordt bepaald door door twee belangrijke parameters: de resolutie en de scherptediepte.

De scherptediepte (*depth of field*) is de afstand waarover het beeld in focus blijft of anders geformuleerd, de zone waarin het beeld voldoende scherp is. Dit begrip is ook in de gewone fotografie goed gekend, zoals weergegeven in Figuur 35. Elektronenmicroscopen hebben een veel grotere scherptediepte dan lichtmicroscopen, dit is dan ook een van de grote voordelen van de elektronenmicroscoop. De scherptediepte is zowel voor lichtmicroscopen als elektronenmicroscopen omgekeerd evenredig met de resolutie. Er moet bijgevolg steeds een compromis gevonden worden tussen resolutie en scherptediepte [45][40].



Figuur 35: Scherptediepte in de fotografie [54]

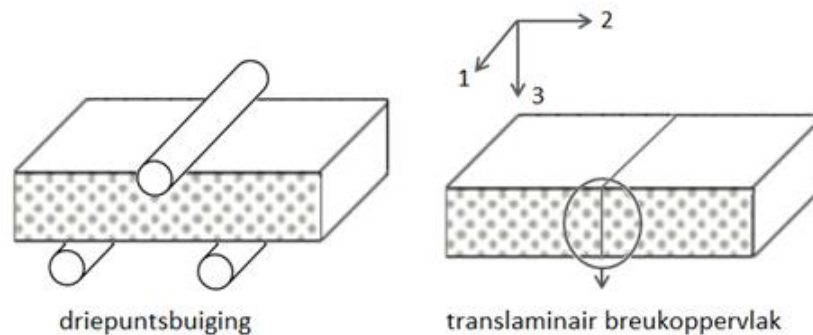
Een andere belangrijke parameter is de resolutie. Dit is de kleinst mogelijke afstand tussen 2 punten waarbij deze nog kunnen waargenomen worden als afzonderlijke objecten. Voor een optische microscoop ligt de resolutie maximaal rond 200 nm. De resolutie van een optische microscoop is gelimiteerd door diffractie, wat leidt tot het criterium van Rayleigh voor de kleinst mogelijke afstand d waarbij men twee punten nog kan onderscheiden.

Met een rasterelektronenmicroscop is een veel betere resolutie van 5 nm mogelijk omdat de golflente van elektronen (0,001-0,01 nm) is veel kleiner dan de golflengte van licht (400-700 nm). De resolutie van elektronenmicroscopen wordt echter door een andere factor gelimiteerd, namelijk de stipgrootte (*spot size*) van de elektronenbundel op het oppervlak. De stipgrootte moet kleiner zijn dan de afstand tussen de 2 punten die men als afzonderlijk wil waarnemen.

3.4.3.3. Translaminair breukoppervlak van het vlasvezel-epoxy composiet

Eerst zal het translaminair breukoppervlak van het vlasvezel-epoxy composiet onderzocht worden. Dit breukoppervlak geeft de dwarsdoorsnedes van de vezels weer, zoals aangeduid in Figuur 36. Op de beelden die volgen zal telkens een assenstelsel aangebracht worden in de linkerbovenhoek, om zo het verloop van de breuk duidelijk weer te geven.

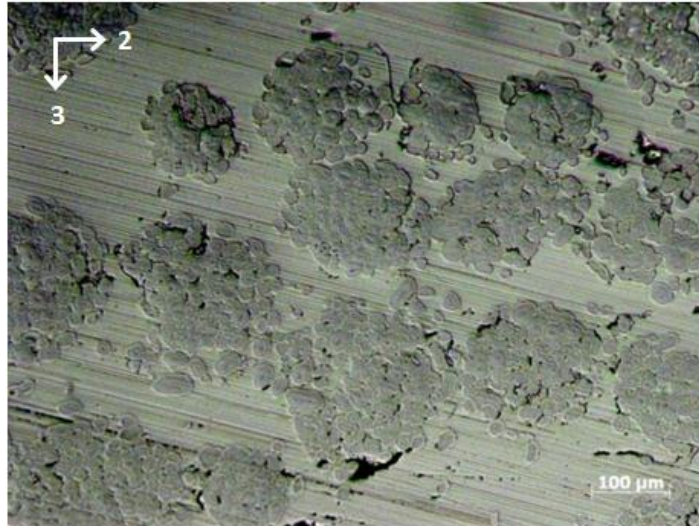
De 1-richting verloopt parallel met de vezels, de 2-richting bevindt zich loodrecht op de 1-richting in het vlak van het laminaat, en de 3-richting is bevindt zich loodrecht op de vezelrichting en loodrecht op het vlak van het laminaat, of parallel met de aangelegde kracht van de driepuntsbuigproef.



Figuur 36: Translaminair breukoppervlak

Om deze breuk microscopisch te kunnen onderzoeken, is het nodig dat het oppervlak gepolijst is. Zoals reeds vermeld is het belangrijk dat polijsten reeds gebeurd is voordat de buigproef uitgevoerd wordt, omdat de breuk anders weer dicht gewreven kan worden.

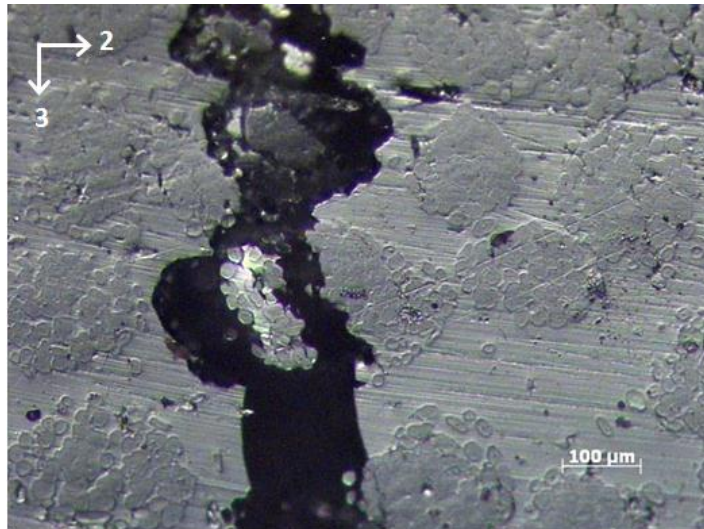
Met de optische microscoop wordt in Figuur 37 een beeld weergegeven van het zijvlak na polijsten tot #4000, nog voor het uitvoeren van de buigproef. De glasvezels zijn duidelijk gegroepeerd in bundels. De diameter van deze vezelbundels schommelt rond de $100\ \mu\text{m}$. De elementaire glasvezels hebben een diameter van 10 à $20\ \mu\text{m}$.



Figuur 37: Zijvlak glasvezel-epoxy composiet na polijsten

Na het polijsten kon de driepuntsbuigproef uitgevoerd worden op het proefstuk. Op een zeker moment was een scheurend geluid te horen, maar het proefstuk brak nog niet onmiddellijk in twee. De scheur propageerde verder tot de maximale belasting bereikt werd. Beide breukhalften waren na afloop nog gedeeltelijk met elkaar verbonden, wat het makkelijker maakte om de translatinale breuk te onderzoeken.

Met de optische microscoop wordt in Figuur 38 een beeld weergegeven van het translatinale breukoppervlak. De breuk propageert zeer recht door de matrix, terwijl ze bochten maakt doorheen de vezelsbundels. Het oppervlak is niet meer volledig vlak na de breuk, waardoor niet elk punt van de afbeelding nog in focus kan gebracht worden omwille van de minder goede scherptediepte van de optische microscoop. De bovenkant en onderkant van het beeld zijn niet langer scherp. Met de elektronenmicroscoop kan dit oppervlak beter onderzocht worden.

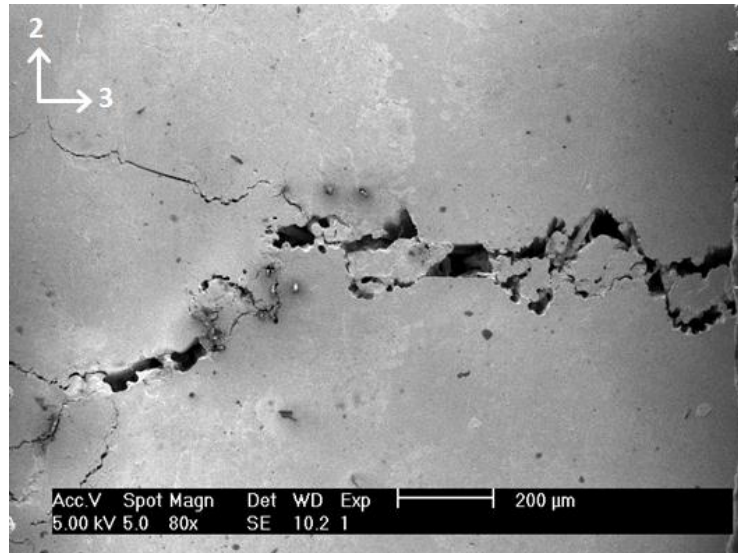


Figuur 38: Zijvlak na translaminaire breuk

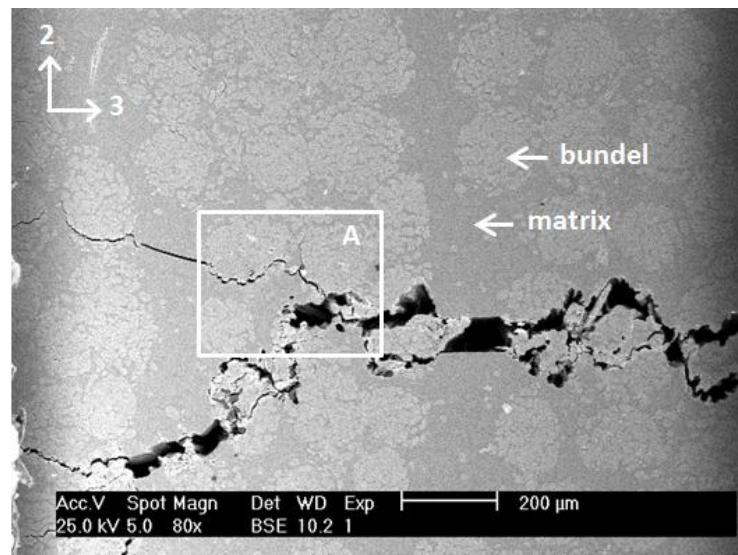
Om het proefstuk te onderzoeken met de elektronenmicroscop, moet het tot kleinere afmetingen gebracht worden, zodat het past in de vacuümkamer. De gekozen afmetingen bedragen 1,27 cm x 1,27 cm. Verder moeten het proefstuk elektrisch geleidend zijn om onderzocht te kunnen worden, anders kan er oplading gebeuren. Dit is een opstapeling van een teveel aan elektronen op het oppervlak van het proefstuk. Deze opstapeling zorgt voor een elektrisch veld dat de elektronenbundel doet afbuigen [55]. Om de geleidbaarheid van het vlasvezel-epoxy proefstuk te verhogen, wordt een goudcoating aangebracht. Het aanbrengen van de coating gebeurt door sputteren in een laag vacuüm, waarbij een bepaalde sputtertijd gekozen kan worden. Er werd telkens een sputtertijd van 120 seconden gebruikt. Naast elektrisch geleidend, moet het proefstuk ook geaard zijn. Dit gebeurt door folie aan te brengen rond het proefstuk. De working distance (WD) wordt voor optimale beeldvorming rond 10 mm gekozen [44].

Figuur 39 toont een SEM beeld van het oppervlak, bekomen met secundaire elektronen (SE). Er werd een lage versnelspanning (*accelerating voltage*) van 5 kV gebruikt. Maar omdat secundaire elektronen de topografie van het oppervlak weergeven en het oppervlak door polijsten volledig vlak gemaakt was, waren de vezelbundels en afzonderlijke vezels niet goed zichtbaar.

Teruggekaatste elektronen (BSE) bleken in dit geval meer aangewezen. Figuur 40 geeft hetzelfde breukoppervlak weer, gebruik makend van teruggekaatste elektronen en een versnelling van 25 kV. De vezelbundels en afzonderlijke vezels zijn hier veel duidelijker zichtbaar.

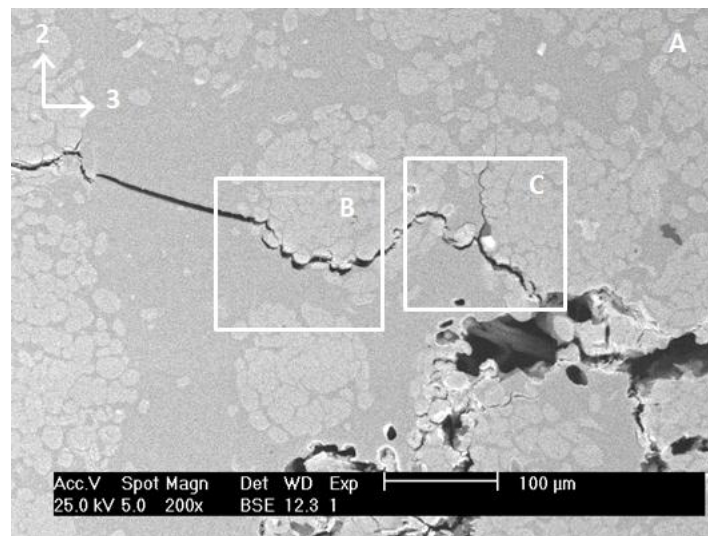


Figuur 39: Translaminare breuk met SE



Figuur 40: Translaminare breuk met BSE

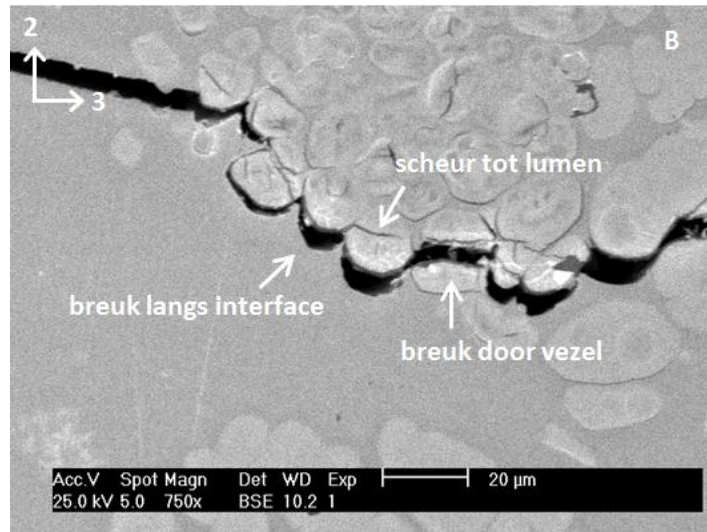
Er zal verder ingezoomd worden op kleine interne scheuren, vermits deze een duidelijk beeld kunnen geven van het verloop van de scheur doorheen de vezelbundels. Gebieden waarop ingezoomd zal worden, zijn omkaderd door een wit vierkant en worden benoemd met een letter. Vervolgens wordt deze letter geplaatst in de rechterbovenhoek van het ingezoomde beeld. Figuur 41 toont een vergroting van gebied A uit de vorige figuur. Er zal ingezoomd worden op vezelbundels om het scheurverloop langs de individuele vezels te bestuderen.



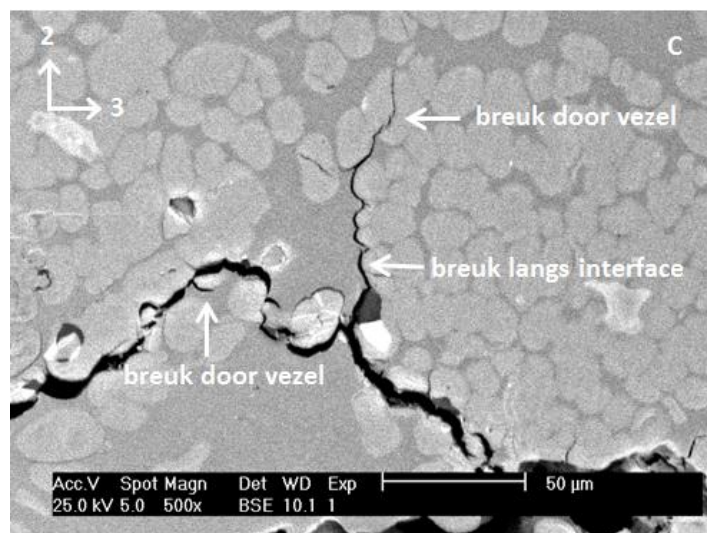
Figuur 41: Vergroting gebied A

Figuur 42 geeft een vergroting weer van gebied B, waar de individuele vlasvezels duidelijk zichtbaar zijn. Er was eerder reeds vermeld dat in theorie bij zwakke vezel-matrix adhesie de breuk langs de interface zou lopen, en dat bij sterke vezel-matrix adhesie de breuk door de matrix zou lopen. Op Figuur 42 zijn er plaatsen te zien waar de scheur langs de interface loopt, maar ook plaatsen waar de scheur dwars door de vezels loopt. Deze plaatsen zijn aangeduid op de figuur met pijlen. Sommige vezels vertonen ook scheurtjes tot aan het holle lumen in het midden. Breukverloop doorheen de vezels zou ook kunnen wijzen op een vrij goede vezel-matrix adhesie, in plaats van breukverloop doorheen de matrix. Het scheuren van de vezels is vermoedelijk mogelijk omdat de vezels van natuurlijke oorsprong zijn. Bij kunstmatige vezels zoals koolstofvezels, is het weinig waarschijnlijk dat vezels volledig kunnen gebroken worden

In de paper van Baley et al. [56] werd hetzelfde breukgedrag waargenomen bij transversale breuk van vlasvezelcomposieten met ander soort matrix, namelijk polyester. Het is mogelijk dus dat de holte in het midden zorgt voor scheurinitiatie waarbij een breuk dwars door de vezels mogelijk wordt. Ook de natuurlijke multilagenstructuur van vlasvezels kan verantwoordelijk zijn voor de vezelbreuk. Figuur 43 geeft een vergroting weer van gebied C, waar hetzelfde gedrag waargenomen wordt. Meestal propageert de scheur langs de interface, maar af en toe gaat ze ook dwars door de vlasvezels.



Figuur 42: Vergroting gebied B



Figuur 43: Vergroting gebied C

Om deze beelden te bekomen werd het sample eerst gebroken en daarna pas in de SEM gebracht. Nog interessanter is het als het breukverloop kan gevolgd worden tijdens de buigproef zelf. Dit was mogelijk door een toestel van dr. ir. Alexander Davidkov, dat een driepuntsbuigproef kan uitvoeren binnenin de vacuümkamer van de SEM (Figuur 44).

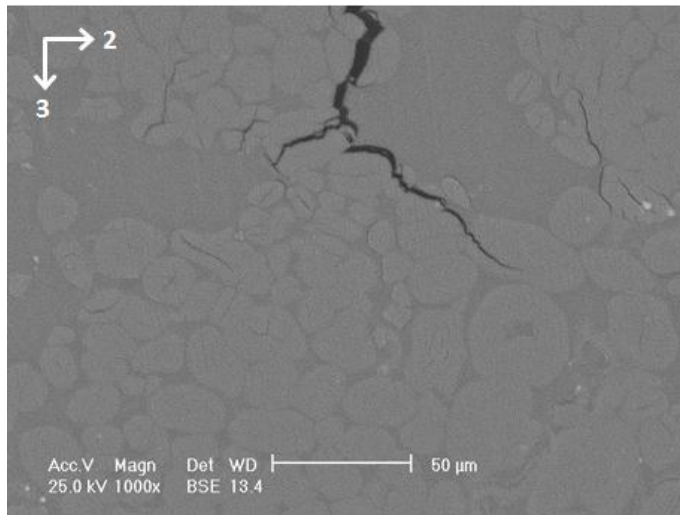


Figuur 44: Toestel voor buigproef in de SEM

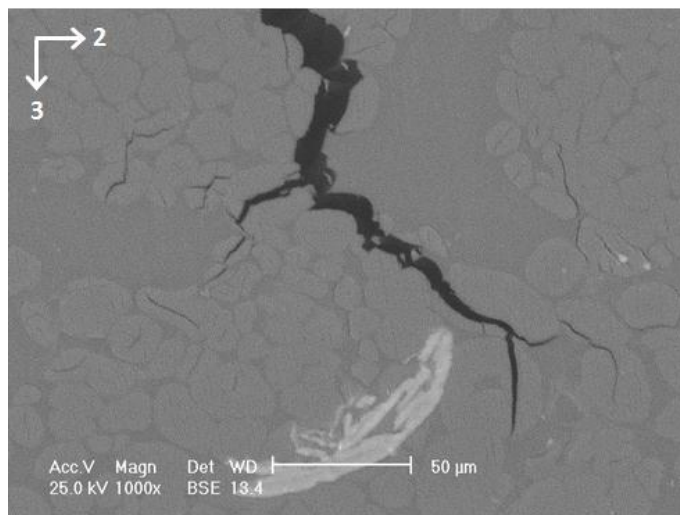
Om deze buigproef uit te voeren was een heel klein sample nodig met breedte 8 mm , lengte 15 mm en dikte 1 mm. De eerder gemaakte vlasvezel-epoxy composiet had een dikte van 2 mm, wat niet geschikt was voor het toestel. Er werd een nieuwe composietplaat gemaakt met de autoclaaf, opgebouwd uit 4 lagen vlasvezel-epoxy prepreg om een dikte van 1 mm te bekomen. Vermoedelijk is dit te dun om tot een goede plaat te komen, want ondanks een goed verloop van het autoclaafproces waren er in het inwendige van de plaat gaten zichtbaar met de optische microscoop. Als oplossing werd een sample van 2 mm gepolijst tot een dikte van 1 mm zodat de buigproef kon uitgevoerd worden. Het proefstukje kreeg een goudcoating en werd in het toestel gebracht.

De buigproef kon van buitenaf gestart en gestopt worden. Figuur 45 geeft het oppervlak weer tijdens de buigproef op tijdstip 1. Figuur 46 geeft hetzelfde deel van het oppervlak weer, maar enkele seconden later op tijdstip 2.

Uit deze beelden blijkt de scheur duidelijk dwars door de vezels te propageren. Bij de koolstofvezelversterkte composieten werd deze buigproef in de SEM niet uitgevoerd, omdat deze proefstukken zeer snel volledig bros doorbraken, waardoor het te moeilijk zou zijn beelden van het breukverloop op verschillende tijdstippen te bekommen.



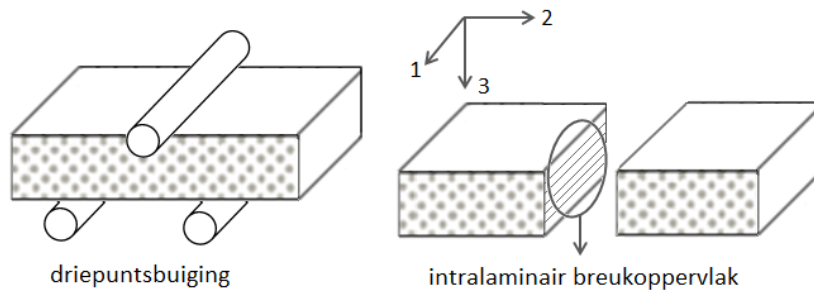
Figuur 45: Breuk op tijdstip 1



Figuur 46: Breuk op tijdstip 2

3.4.3.4. Intralaminair breukoppervlak van het vlasvezel-epoxy composiet

Bij het intralaminare breukoppervlak zijn de vezels in hun langsrichting zichtbaar, zoals schematisch weergegeven in Figuur 47. Op de beelden die volgen zal opnieuw een assenstelsel aangebracht worden in de linkerbovenhoek. De 1-richting van het assenstelsel verloopt parallel met de vezels, de 2-richting bevindt zich loodrecht op de 1-richting in het vlak van het laminaat, en de 3-richting is parallel met de aangebrachte kracht van de driepuntsbuigproef.



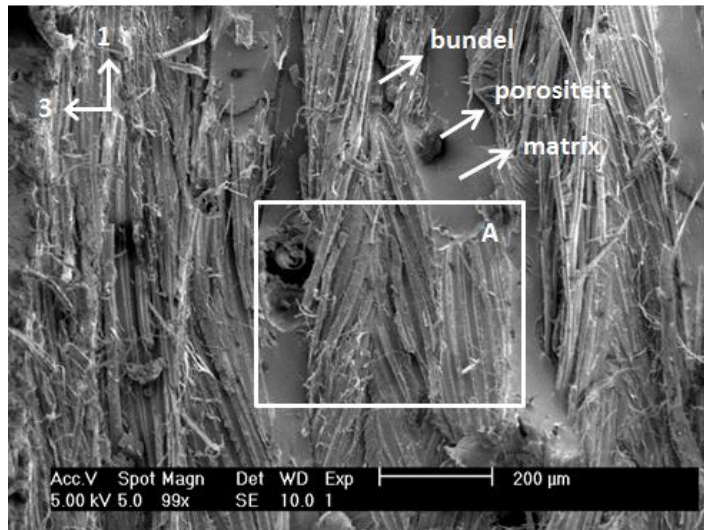
Figuur 47: Intralaminair breukoppervlak

Het intralaminare breukoppervlak is niet voldoende vlak om te kunnen bekijken met de optische microscoop, omwille van de eerder genoemde zwakke scherptediepte van de optische microscoop. Met de elektronenmicroscoop is het wel mogelijk duidelijke beelden te bekomen.

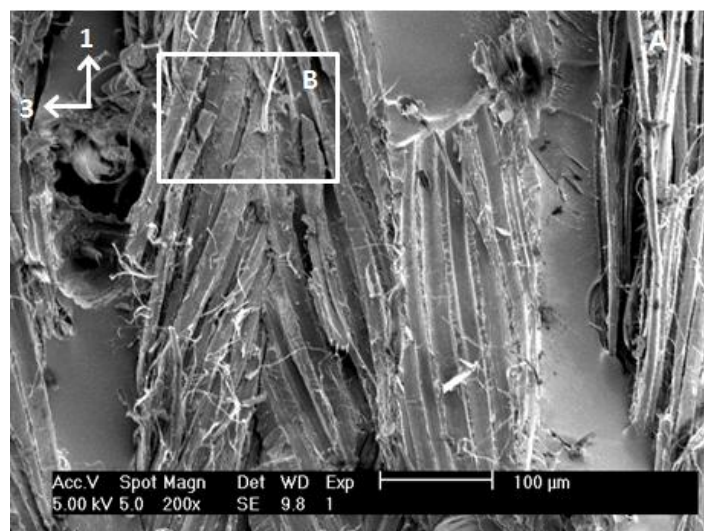
Figuur 48 toont een deel van het intralaminair breukoppervlak. De vezels liggen duidelijk gegroepeerd in bundels die op verschillende plaatsen uit elkaar getrokken zijn. Tussen de vezelsbundels zijn zuivere matrixgebieden zichtbaar. De donkere holtes die te zien zijn in de matrix, zijn vermoedelijk porositeiten. Figuur 49 geeft een vergroting weer van gebied A.

Er wordt verder ingezoomd op gebied B in Figuur 50. Hier zijn de individuele vezels duidelijk zichtbaar. De diameter van deze elementaire vlasvezels schommelt zoals verwacht rond de $20 \mu\text{m}$. Aan sommige vezels hangen witte dunne draden. Dit zijn vermoedelijk microfibrillen die losgekomen zijn van de elementaire vezels. De breuk heeft de vezels duidelijk uitgerafeld.

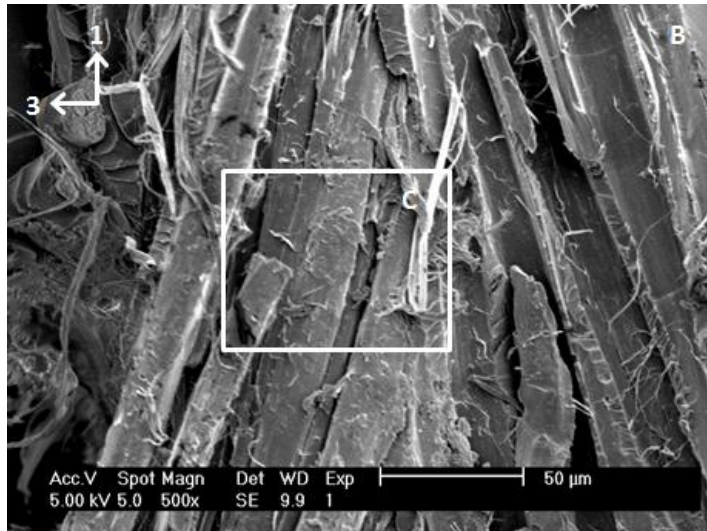
Aan de rechterzijde van Figuur 50 zijn vezelafdrukken te zien in de matrix. Dit zijn plaatsen waar oorspronkelijk vezels aanwezig waren. De vezels werden losgetrokken door de buigproef waardoor enkel nog een afdruk van de vezel in de matrix overblijft. Ook in deze vezelafdrukken zijn witte draadjes te zien, vermoedelijk ook microfibrillen door het losrukken van de vezels.



Figuur 48: Intralaminair breukoppervlak

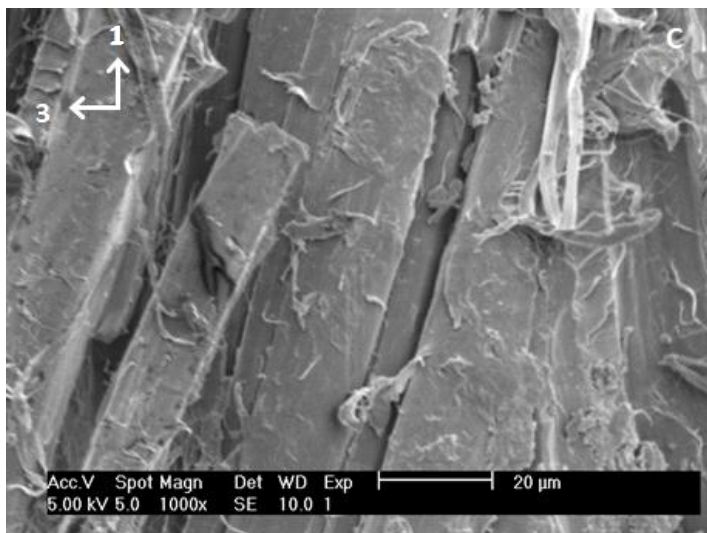


Figuur 49: Vergroting van gebied A



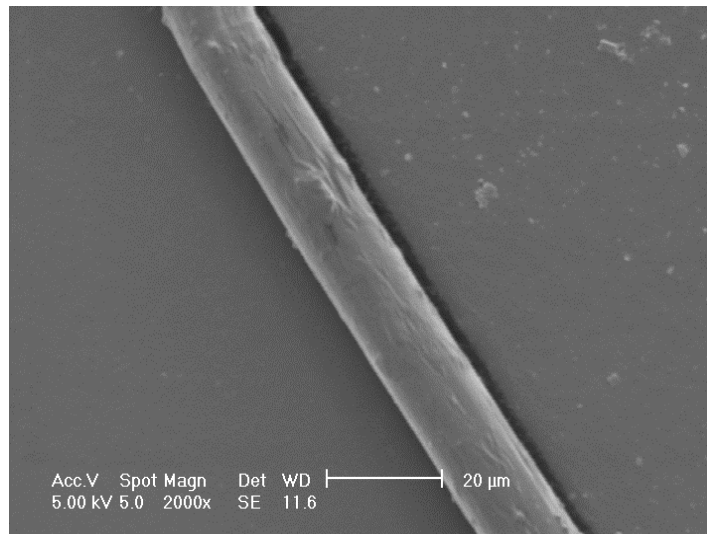
Figuur 50: Vergroting van gebied B

Figuur 51 zoomt in op gebied C om het vezeloppervlak te bestuderen. Het oppervlak is zeker niet effen en glad. Het is op verschillende plaatsen beschadigd waardoor er witte microfibrillen zichtbaar zijn. In theorie is de vezel-matrix hechting sterk wanneer er (veel) matrixresten aanwezig zijn. Op basis van deze beelden valt te vermoeden dat de vezel-matrix adhesie vrij goed is.



Figuur 51: Vergroting van gebied C

Er werden echter geen SEM-beelden in de literatuur teruggevonden, waarbij men de intralaminare breukoppervlakken van vlasvezel-epoxy composieten met goede en zwakke vezel-matrix adhesie vergelijkt, die zouden kunnen dienen als referentie (wat wel het geval is bij de koolstofvezel-epoxy composieten, zie 3.4.3.6). Om toch een idee te hebben van de vezel-matrix adhesie, worden de vlasvezels uit Figuur 51, die losgerukt werden uit de matrix door de buigproef, vergeleken met een afzonderlijke vlasvezel, die behandeld werd met dezelfde Lineo sizing maar niet ingebed geweest is in een matrix (Figuur 52).

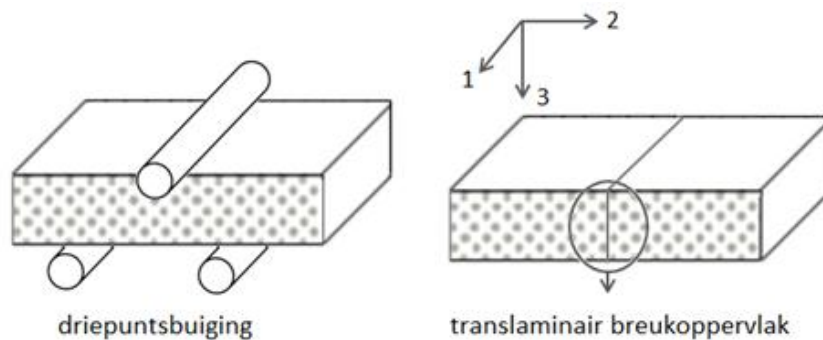


Figuur 52: Losse vlasvezel met sizing

Wanneer het oppervlak van de vlasvezels uit Figuur 51 vergeleken wordt met het oppervlak van de vlasvezel uit Figuur 52, is het duidelijk dat de vlasvezels in het composiet meer beschadigd zijn, en dat er ook bijkomend materiaal gehecht is aan het oppervlak. Vermoedelijk is dit resterend matrix materiaal. Deze resultaten, in combinatie met de gebroken vezels die zichtbaar waren in het translaminair breukoppervlak, wijzen erop dat de vezel-matrix interface vrij sterk is.

3.4.3.5. Translaminair breukoppervlak van koolstofvezel-epoxy composieten

Het translaminair breukoppervlak geeft de dwarsdoorsnedes van de vezels weer, zoals reeds aangeduid in Figuur 53. Op de beelden die volgen zal opnieuw een assenstelsel aangebracht worden. De 1-richting verloopt parallel met de vezels, de 2-richting bevindt zich loodrecht op de vezelrichting in het vlak van het laminaat, en de 3-richting is parallel met de aangelegde drukkracht van de driepuntsbuigproef. Gebieden waarop ingezoomd wordt, worden aangeduid met een letter. Op het beeld van het ingezoomde gebied wordt deze letter geplaatst in de rechterbovenhoek.



Figuur 53: Translaminair breukoppervlak

Om deze breuk microscopisch te kunnen onderzoeken, moet het oppervlak reeds gepolijst zijn voordat de buigproef uitgevoerd wordt. Figuur 54 toont een beeld met de optische microscoop van het translaminaire zijvlak van het koolstofvezel-epoxy proefstuk na polijsten tot #4000.

Het uitzicht van dit breukoppervlak is erg verschillend van het translaminair breukoppervlak van het vlasvezel-epoxy proefstuk. De koolstofvezels zijn hier niet gegroepeerd in ronde bundels maar zijn veel meer verspreid in de matrix. Bij het vlasvezel-epoxy composiet waren ook vrij grote effen matrixgebieden zonder vezels te zien, wat hier niet het geval is. De koolstofvezels zijn bovendien veel kleiner dan de vlasvezels, wat blijkt wanneer men Figuur 54 gaat vergelijken met Figuur 37. De gemiddelde diameter van een koolstofvezel bedraagt ongeveer $5 \mu\text{m}$.



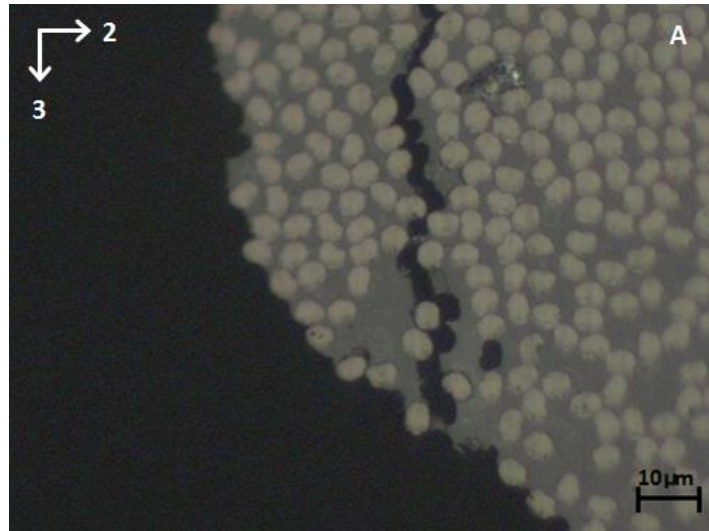
Figuur 54: Zijvlak koolstofvezel-epoxy composiet na polijsten

Na het polijsten werd de driepuntsbuigproef uitgevoerd, waarbij het koolstofvezel-epoxy proefstuk volledig bros doorbrak. Figuur 55 geeft een beeld weer van het translaminaire breukoppervlak, gemaakt met de optische microscoop. Beide delen liggen niet meer in exact hetzelfde vlak zodat niet alles in focus gebracht kan worden. Hierdoor is de rechterzijde minder scherp dan de linkerzijde.



Figuur 55: Zijvlak na translaminaire breuk

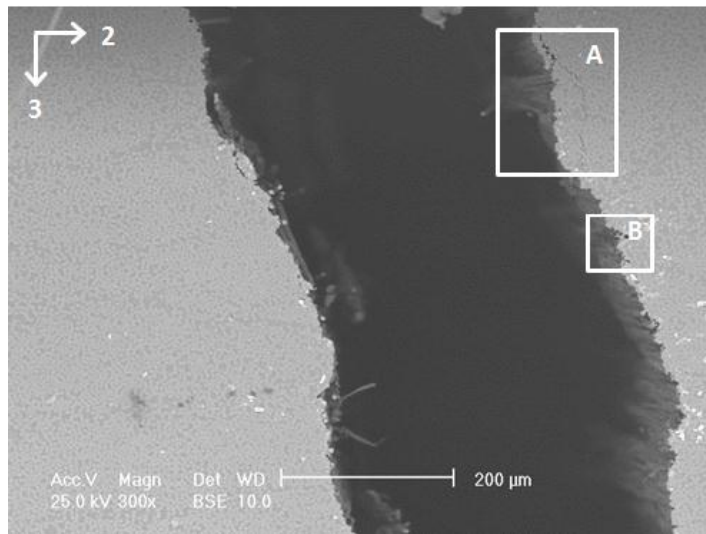
In Figuur 56 wordt met de optische microscoop verder ingezoomd op gebied A. De individuele koolstofvezels zijn nog steeds zichtbaar, maar de scherptediepte en kwaliteit bij deze vergroting is niet optimaal. Met de SEM is het mogelijk om scherpere beelden te bekomen.



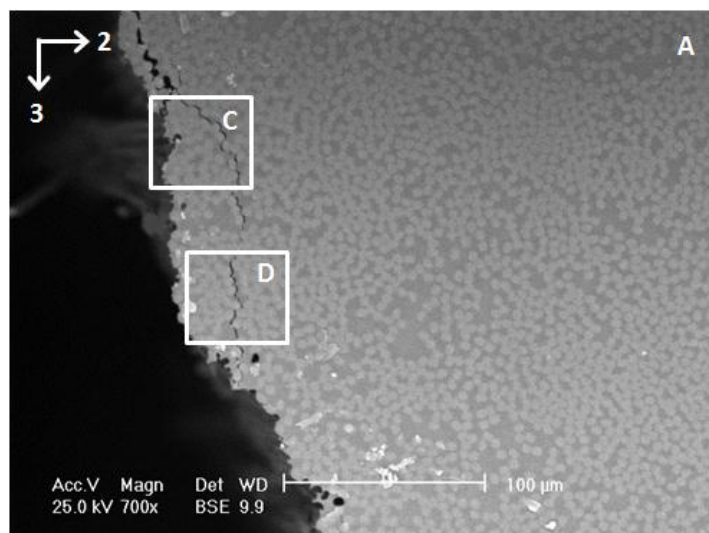
Figuur 56: Vergroting van de scheur

Om het koolstofvezel-epoxy proefstuk te kunnen onderzoeken met de elektronenmicroscoop, wordt ook eerst een goudcoating aangebracht met een sputtertijd van 120 seconden. Secundaire elektronen (SE) bleken ook hier minder geschikt vermits ze de topografie van het oppervlak weergeven. Teruggekaatste elektronen (BSE), waarbij het gevormde beeld gebaseerd is op verschil in compositie, geven wel een duidelijk contrast tussen vezel en matrix. Dit was eveneens het geval bij de vlasvezel-epoxy proefstukken. De gebruikte versnelspanning bedraagt 25 kV.

Figuur 57 toont beide breukhelften. Er wordt ingezoomd op interne scheuren in gebieden A en B, omdat deze een duidelijk beeld kunnen geven van het scheurverloop. Figuur 58 geeft een vergroting weer van gebied A. Net zoals bij de optische microscoop is te zien dat de vezels overal verspreid liggen in de matrix, en niet gegroepeerd in bundels. Er wordt verder nog ingezoomd om het verloop van de scheur langs de vezels beter te kunnen waarnemen.



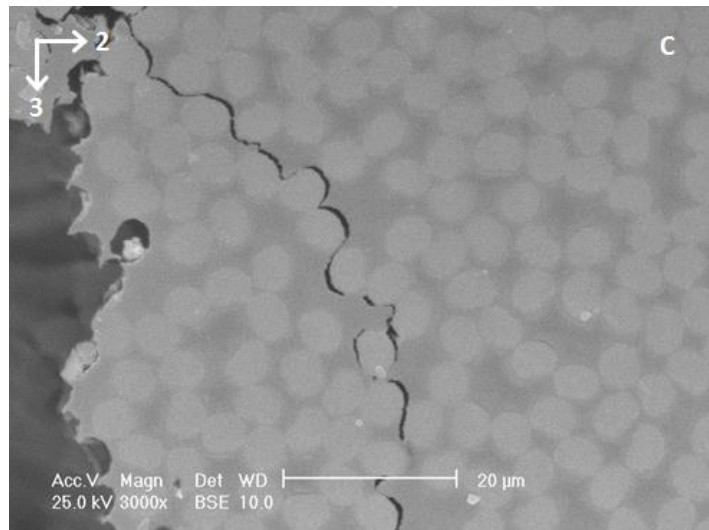
Figuur 57: Translaminair breukoppervlak



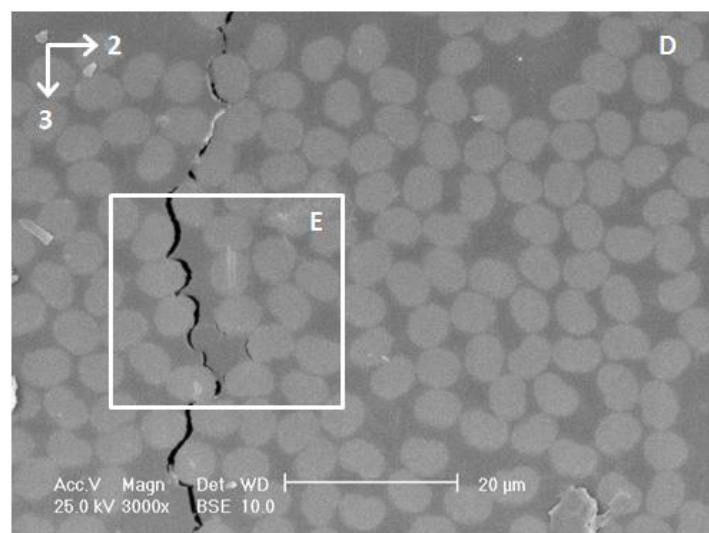
Figuur 58: Vergroting van gebied A

Figuur 59 geeft een vergroting weer van gebied C. De scheur propageert overal langs de interface tussen vezel en matrix. Dit wijst er op dat de adhesie tussen vezel en matrix niet zo sterk is. Bij sterke adhesie zou de scheur door de matrix lopen, en niet langs de interface [38].

Bij vlasvezels werd zoals eerder vermeld nog een ander verschijnsel waargenomen dan breuk door de matrix of breuk langs de interface, namelijk breuk dwars door de vezel. Vermoedelijk is dit typisch voor natuurlijke vezels door hun intrinsieke structuur. Figuur 60 geeft gebied D weer. Ook hier is duidelijk te zien dat de scheur enkel propageert langs de interface tussen vezel en matrix.

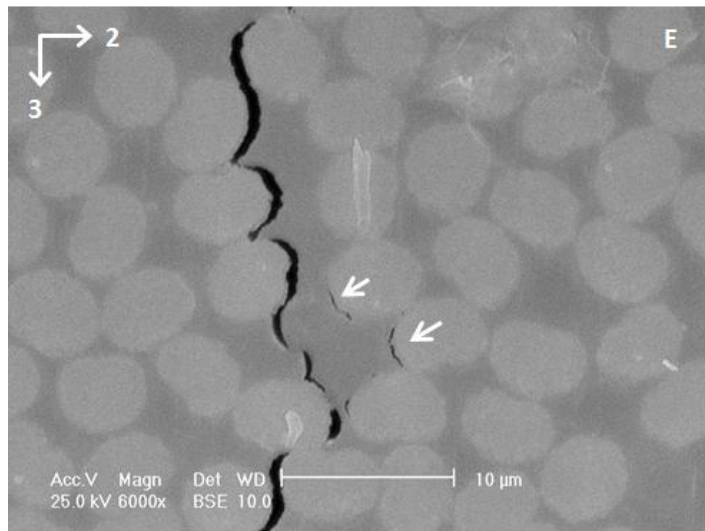


Figuur 59: Vergroting van gebied C

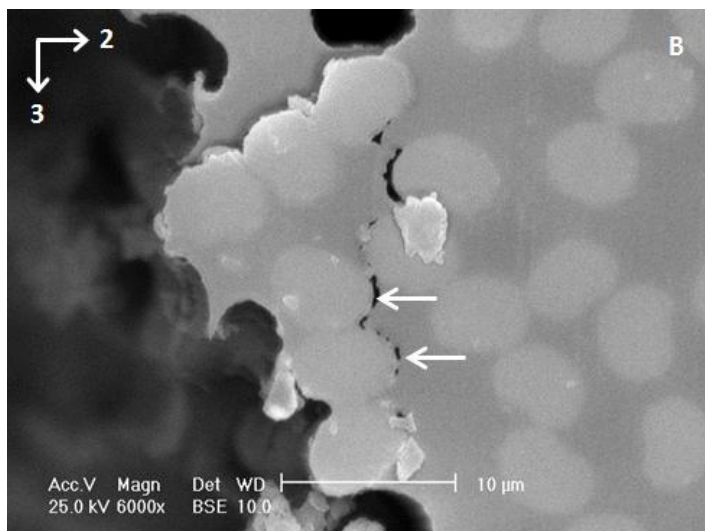


Figuur 60: Vergroting van gebied D

Figuur 61 zoomt in op gebied E en geeft in detail weer dat de scheur mooi de vorm van de vezels volgt. Er is ook een beginnende scheur te zien aan de rand van vezels, aangeduid met pijlen. Figuur 62 geeft hetzelfde resultaat weer in een willekeurige ander gebied B. De beginnende scheur aan de vezel-matrix interface wordt hier opnieuw aangeduid met pijlen. De adhesie tussen koolstofvezels met sizing 50 en de epoxymatrix blijkt dus niet goed te zijn.



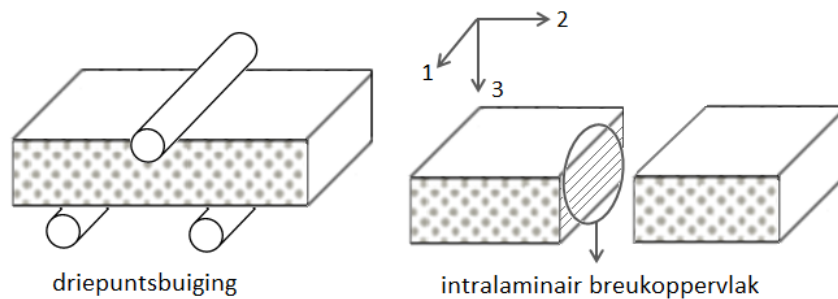
Figuur 61: Vergroting van gebied E



Figuur 62: Vergroting van gebied B

3.4.3.6. Intralaminair breukoppervlak van het koolstofvezel-epoxy composiet

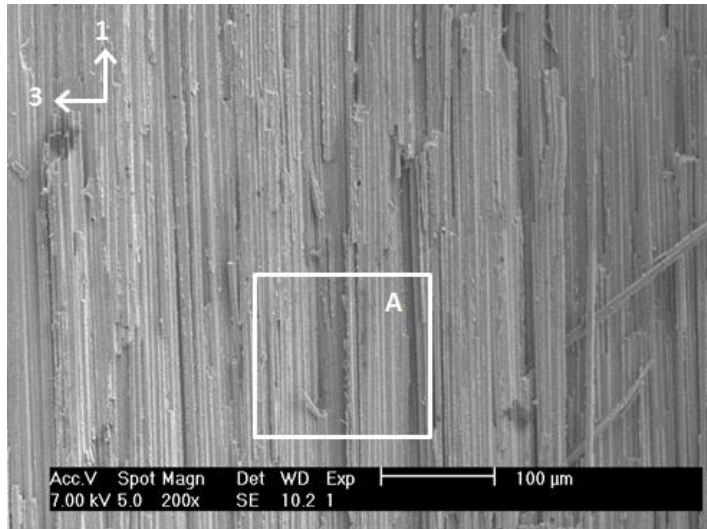
Bij het intralaminare breukoppervlak zijn de vezels zichtbaar in hun langsrichting, zoals reeds werd vermeld. Net zoals bij de vlasvezel-epoxy proefstukken, is dit oneffen breukoppervlak niet goed waar te nemen met de lichtmicroscop. Met de elektronenmicroscop daarentegen kunnen wel duidelijke beelden bekomen worden. Om het verloop van de intralaminare breuk duidelijk weer te geven, wordt opnieuw een assenstelsel aangebracht in de linkerbovenhoek van de figuren. De richtingen die zichtbaar zijn in dit oppervlak zijn de 1-richting, parallel met de vezels, en de 3-richting, parallel met de aangelegde kracht van de driepuntsbuigproef (zie Figuur 63).



Figuur 63: Intralaminair breukoppervlak

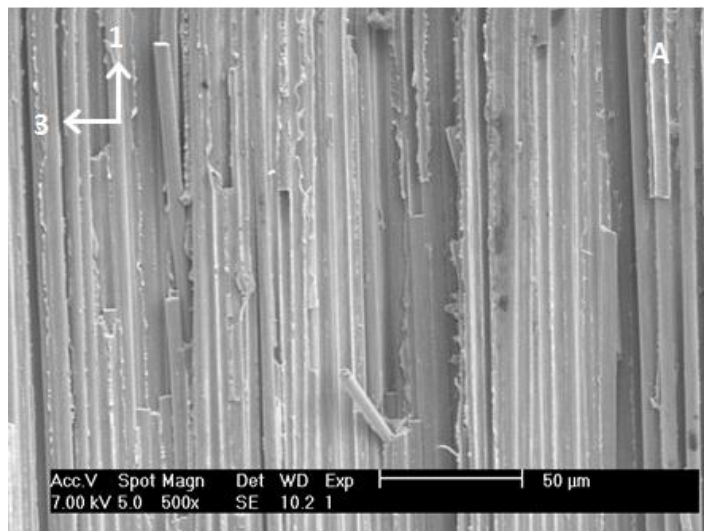
Figuur 64 geeft het intralaminare breukoppervlak weer van het koolstofvezel-epoxy proefstuk. Dit beeld werd bekomen met de SEM door gebruik te maken van secundaire elektronen bij een versnelspanning van 7 kV, wat een hogere versnelspanning is dan bij het vlasvezel-epoxy proefstuk (5 kV). Op de figuur is te zien dat de vezels zeer dicht bij elkaar liggen. Er zijn geen effen matrix gebieden zichtbaar en de vezels komen niet voor in bundels, zoals bij vlasvezelcomposieten, maar ze zijn gelijkmatig verdeeld over de matrix.

Deze figuur toont ook aan dat de breuk inderdaad bros is verlopen, zoals visueel werd waargenomen. De uiteinden van gebroken vezels zijn erg vlak, terwijl een taaie breuk een niet-vlak en vezelachtig uiteinde zou opleveren [44].

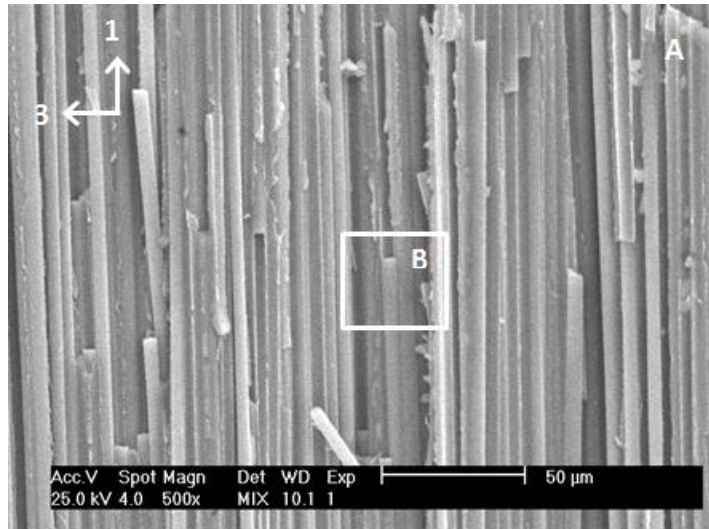


Figuur 64: Intralaminare breuk

Er wordt ingezoomd op gebied A gebruik makend van respectievelijk secundaire elektronen (Figuur 65) en een mix van secundaire en teruggekaatste elektronen (Figuur 66). Om een goed contrast te krijgen met gemixte elektronen, was een veel hogere versnelspanning van 25 kV nodig. De mix van SE en BSE elektronen geeft het best de afzonderlijke vezels weer.

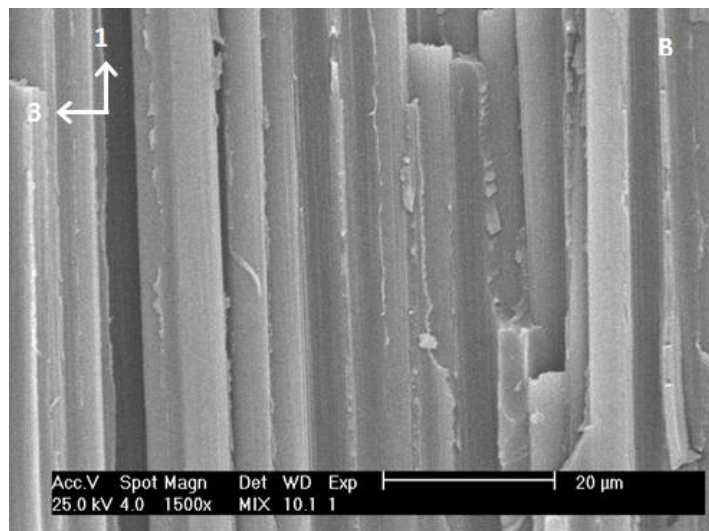


Figuur 65: Secundaire elektronen



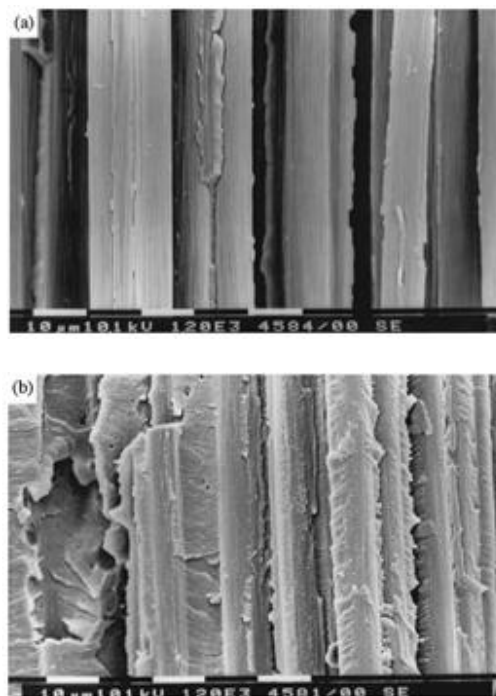
Figuur 66: Gemixte elektronen

Figuur 67 geeft een vergroting weer van gebied B. Er werd eveneens gebruik gemaakt van een mix van SE en BSE. Op deze figuur is te zien dat het oppervlak van de koolstofvezels vrij effen en glad is. Er zijn soms enkele restanten van matrixmateriaal zichtbaar, maar in erg beperkte mate.



Figuur 67: Vergroting van gebied B

Om met zekerheid vast te stellen dat de vezeloppervlakken uit Figuur 67 weinig resterend matrixmateriaal en dus een zwakke vezel-matrix adhesie vertonen, zou men Figuur 67 moeten kunnen vergelijken met het beeld van een intralaminair breukoppervlak waarbij de vezels wel een sterke adhesie vertonen. Hiervoor kunnen de beelden uit het artikel van Lawcock et al. [39] gebruikt worden. Lawcock et al. onderzochten eveneens het intralaminair breukoppervlak van koolstof-epoxy composieten met de elektronenmicroscop. Figuur 68 (a) toont onbehandelde G34-700 koolstofvezels met een zwakke vezel-matrix adhesie, en Figuur 68 (b) toont behandelde G34-700 koolstofvezels met een sterke vezel-matrix adhesie.



Figuur 68: (a) Onbehandelde vezel (b) Behandelde vezels [39]

Het eigen resultaat (Figuur 67) vertoont duidelijk het meest overeenkomsten met Figuur 68 (a) van Lawcock et al., waar weinig resterend matrixmateriaal gehecht is aan het vezeloppervlak en de vezel-matrix adhesie bijgevolg zwak is. Dit bevestigt de vermoedens dat het koolstofvezel-epoxy composiet geen goede vezel-matrix hechting heeft.

3.4.3.7. Conclusie van het microscopisch onderzoek

Koolstofvezel-epoxy composieten

Op de beelden van het translaminaire breukoppervlak kon men zien dat de scheur propageerde langs de interface, en niet door de matrix zelf. Dit wijst erop dat de hechting tussen de vezel en matrix niet goed is. Bij sterke adhesie tussen vezel en matrix zou de breuk dwars door de matrix moeten gaan.

De beelden van het intralaminaire breukoppervlak toonden een vrij glad vezeloppervlak met weinig resterend matrixmateriaal. Wanneer dit resultaat (Figuur 67) vergeleken wordt met de beelden uit de literatuur (Figuur 68), is het duidelijk dat het koolstofvezel-epoxy proefstuk overeenkomsten vertoont met Figuur 68 (a), waar de hechting niet goed is. Op basis van deze resultaten valt te besluiten dat de hechting tussen de koolstofvezels en matrix niet goed is.

Vlasvezel-epoxy composieten

Bij de beelden van het translaminaire breukoppervlak werd reeds vermoed dat de vezel-matrix adhesie van dit composiet vrij goed is, vermits af en toe volledig gebroken vezels werden aangetroffen. Op de beelden van het intralaminaire breukoppervlak is te zien dat de vezels vrij beschadigd en gerafeld zijn, zeker in vergelijking met de niet-ingebedde vlasvezel van Figuur 52. Er zijn ook microfibrillen zichtbaar die losgekomen zijn van de vezels. Dit gedrag kan verklaard worden door de typische multilagenstructuur van natuurlijke vezels, wat aanleiding geeft tot een ander soort schademechanisme.

Omdat er weinig vergelijking mogelijk was met beelden uit artikels om tot conclusies te komen, wat wel het geval was voor de koolstofvezel-epoxy composieten, wordt de interface van vlasvezel-epoxy composieten verder onderzocht in het volgende hoofdstuk. Hierin worden twee vlasvezel-epoxyplaten vergeleken die volledig identiek zijn op de behandeling (sizing) van de vezels na. Op die manier is enkel de interface de variërende parameter, zodat resultaten kunnen bekomen worden voor vlasvezel-epoxy composieten analoog aan Figuur 68 voor koolstofvezel-epoxy composieten.

Hoofdstuk 4:

Dempingsgedrag van vlasvezel-epoxy composieten met en zonder sizing geproduceerd met het RTM-proces

4.1. Inleiding

Om de invloed van de parameter vezel-matrix adhesie beter na te kunnen gaan, worden in dit hoofdstuk twee unidirectionele composietplaten gemaakt waarvan enkel de coating (sizing) van de vezel verschillend is. Het eerste composiet is een epoxymatrix versterkt met onbehandelde vlasvezels (zonder sizing), en het tweede composiet is een epoxymatrix versterkt met behandelde vlasvezels (met Lineo sizing). Deze sizing is dezelfde als bij het vlasvezel-epoxy composiet uit hoofdstuk 3.

Bijgevolg is de enige variërende parameter tussen deze composieten de sizing van de vezels, of anders uitgedrukt de vezel-matrix interface of vezel-matrix adhesie. Dit zal toelaten de invloed van de interface op het dempingsgedrag te bepalen.

De composietplaten worden gemaakt door *resin transfer molding* of het RTM-proces. Bij dit proces vertrekt men niet van prepregs, wat wel het geval was bij de composietplaten uit hoofdstuk 3 die gemaakt werden met het autoclaafproces, maar van een droog vezelweefsel waaraan later pas het vloeibare hars wordt toegevoegd. Door gebruik te maken van dit proces kan exact hetzelfde type epoxyhars gebruikt worden, zodat enkel de sizing van de vezels verschillend is. Dit was niet mogelijk bij het autoclaafproces door het gebruik van prepregs. Bij de productie van beide vlasvezel-epoxy composietplaten met het RTM-proces worden 9 lagen vezelweefsel gebruikt, met de vezels in elke laag gelegen in de 0°-richting net zoals bij het autoclaaf-geproduceerde vlasvezel-epoxy composiet. Het verloop van dit proces wordt in de volgende paragraaf beschreven.

4.2. Productieproces

Resin transfer molding (RTM) is een vormgevingsproces dat zich afspeelt in een gesloten mal onder vacuüm. Tijdens het proces wordt een mengsel van vloeibaar hars en katalysator geïnjecteerd in de gesloten mal, waarin zich een vezelweefsel of voorvorm bevindt.

Het harsmengsel stroomt snel langsheen het permeabele vezelmateriaal, en tijdens het stromen treden reeds uithardingsreacties op. Wanneer de vezel voorvorm volledig verzadigd is met het harsmengsel, blijven de uithardingsreacties doorgaan tot een volledig vernet polymeer gevormd wordt. De gebruikte matrix is epoxyhars RIMR 135, en de katalysator is hardener RIMH 137 [57]:

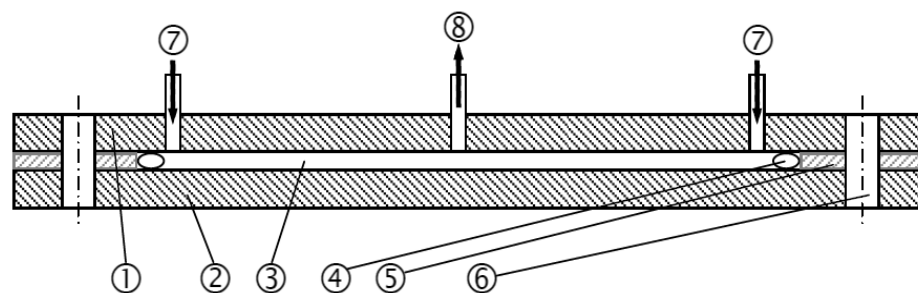
Epoxyhars RIMR 135:

- Dichtheid: 1,13 – 1,17 g/cm³
- Viscositeit: 700 – 1100 mPas

Hardener RIMH 137:

- Dichtheid: 0,93 – 0,98 g/cm³
- Viscositeit: 10 – 50 mPas

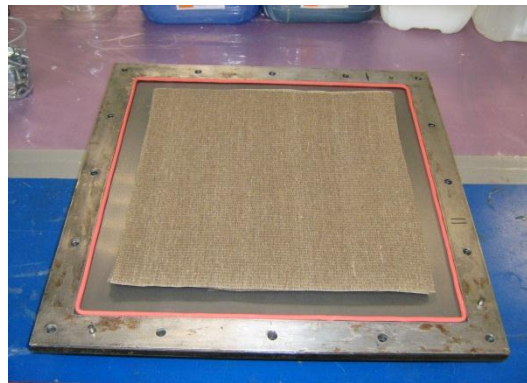
Een schematische voorstelling van de mal wordt weergegeven in Figuur 69. In deze figuur duiden nr. 1 en nr. 2 de bovenste en onderste plaat aan, waaruit de mal is opgebouwd. De holte waarin het vezelweefsel zich bevindt en waarin harsmengsel stroomt, wordt weergegeven door nr. 3. Vervolgens staan nr. 4, nr. 5 en nr. 6 voor de rubberen afdichting, de scheidingsplaten en de bouten, die de twee platen van de mal moeten samenhouden. Het hars wordt geïnjecteerd via de openingen bij nr. 7, en de mal wordt onder vacuüm gebracht via de opening bij nr. 8.



Figuur 69: RTM-proces [58]

In een eerste stap wordt met een katoenen doek Marbocote release agent 227CEE aangebracht op de bovenste en onderste plaat van de mal. Deze release agent zorgt ervoor dat de composietplaat na uitharden gemakkelijker uit de mal genomen kan worden.

Na het aanbrengen van de release agent worden vierkante scheidingsstukken (*spacers*) op randen van de mal geplaatst. Een scheidingsstuk heeft een dikte van 1 mm, dus om een laminaat van 2 mm dikte te bekomen, worden twee scheidingsstukken boven elkaar gelegd. Vervolgens wordt een verzegeling van natuurlijk rubber aangebracht in de randen van de vierkante scheidingsstukken. In het geval van een laminaat van 2 mm dikte worden stalen staven van 1 mm diameter in de rubberdraad geschoven. Hierna wordt het droge vezelweefsel of de voorvorm (30 cm x 30 cm) in de mal opening geplaatst, zoals in Figuur 70. Er mogen zeker geen loshangende individuele vezels contact maken met de rubberen verzegeling, vermits dit kan leiden tot problemen met het vacuüm en dus tot poriën in het laminaat.



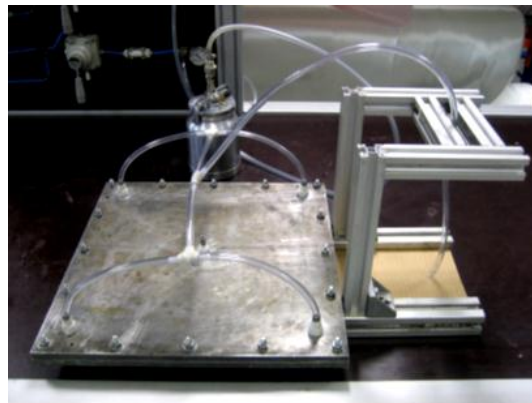
Figuur 70: Plaatsen van het vezelweefsel

Na het plaatsen van het vezelweefsel, wordt de bovenste plaat op de mal geplaatst. Het geheel wordt stevig afgesloten (Figuur 71). De mal heeft vier openingsbuisjes waarlangs de hars kan binnenstromen (*resin input pints*). Deze bevinden zich op de vier hoeken van de bovenste plaat. Het openingsbuisje in het midden van de plaat is het vacuüm punt. Om te vermijden dat het vacuüm zou lekken langs deze openingsbuisjes, wordt sealant tape aangebracht aan het contactoppervlak tussen het buisje en de plaat.



Figuur 71: Afsluiten van de mal

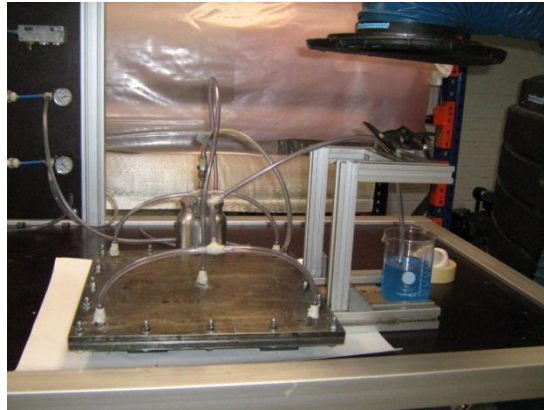
Vervolgens worden vier openingsbuisjes op de hoeken van de mal verbonden door netwerk van polyethyleen tubes (Figuur 72). Het vrije uiteinde van dit netwerk zal later in de beker met hars geplaatst worden. Er wordt eveneens een polyethyleen tube geplaatst over het vacuüm openingsbuisje in het midden van de bovenste plaat. Deze vacuüm polyethyleen tube wordt (via een 'resin trap' of hars opvangvat) verbonden met de vacuüm pomp.



Figuur 72: Aansluiten buisjes

Hierna kan het vloeibaar harsmengsel klaargemaakt worden. Voor een laminaat van 2 mm dikte gebeurt dit door 200 g RIMR 135 epoxyhars te mengen met 60 g RIMR 137 katalysator in een beker. De lucht die door het roeren nog in dit harsmengsel gevangen zit, wordt verwijderd door het bekeerglas in een vacuümexsiccator te plaatsen.

Nadat de lucht verwijderd is, wordt de beker met het harsmengsel op de stand naast de mal geplaatst. Het vrije uiteinde van eerder genoemde polyetheneen tube, die deel uitmaakt van het netwerk dat de vier openingsbuisjes verbindt, wordt in het harsmengsel geplaatst. Tenslotte wordt de vacuüm pomp aangezet en kan het harsmengsel in de mal stromen.



Figuur 73: Volledige opstelling

Wanneer dit proces afgelopen is, worden de tubes afgeklemd. Hierna worden de tubes afgeknipt tot net boven de klemmen, zoals wordt weergegeven in Figuur 74. De uiteinden worden gedicht met vacuüm plastic en duck tape. Het geheel wordt vervolgens in de oven geplaatst bij de juiste uithardingstemperatuur [⁵⁸].



Figuur 74: Afklemmen van de tubes

4.3. Dempingsgedrag

4.3.1. Inleiding

Op de twee vlasvezel-epoxy composietplaten bekomen via het RTM-proces worden eveneens dempingsmetingen uitgevoerd met akoestische golf excitatie, volledig analoog aan de methode die gebruikt werd in de voorgaande metingen.

In een eerste stap worden de afmetingen en eigenschappen ingegeven in Abaqus om de theoretische eigenfrequenties te berekenen. De afmetingen bedragen voor beide platen 265 mm x 265 mm x 2,1 mm. De materiaalparameters van vlasvezel-epoxy composietplaten gemaakt via het RTM-proces zijn nog niet gekend, vermits ze nog niet bepaald werden in voorgaande afstudeerwerken. Dit was wel het geval voor de materiaalparameters van de vlasvezel-epoxyplaten gemaakt via het autoclaafproces. Deze parameters werden reeds bepaald in het afstudeerwerk van ir. Joeri De Thaye [30]. Om toch een idee te hebben van het gebied waarin de eigenwaarden kunnen liggen, worden dezelfde materiaalparameters gebruikt. Dit geeft als eerste eigenmode torsie bij van 39,96 Hz, en als tweede eigenmode buig bij 58,01 Hz.

Door het uitzenden van witte ruis kunnen de eigenfrequenties experimenteel bepaald worden. Eerst worden de luidspreker en de laser vibrometer gericht op een hoek van de plaat. Zo worden beide modes geactiveerd en verschijnen er twee frequentiepieken bij het uitzenden van witte ruis. Vervolgens worden de luidspreker en de laser vibrometer gericht op het midden van de plaat. Dit is een knoop voor de torsiemode, zodat de frequentiepiek van de torsiemode verdwijnt. De overblijvende frequentiepiek is de eigenfrequentie die hoort bij de buigmode.

Bij de vlasvezel-epoxy plaat met behandelde vezels treedt de torsiemode op bij een eigenfrequentie van 39 Hz en de buigmode bij een eigenfrequentie van 66,3 Hz. Bij de vlasvezel-epoxy plaat met onbehandelde vezels treedt de torsiemode op bij een eigenfrequentie van 37,5 Hz en de buigmode bij een eigenfrequentie van 62 Hz.

4.3.2. Damping van vlasvezel-epoxy met sizing

Tabel 7 geeft de dempingsmeting van de torsiemode (39 Hz) weer. Het logaritmisch decrement δ is gemiddeld $0,06763 \pm 0,00024$, en de dempingsverhouding ζ is gemiddeld $0,01076 \pm 0,00004$. Tabel 8 geeft de dempingsmeting van de buigmode (66,3 Hz) weer. Het logaritmisch decrement δ is gemiddeld $0,06030 \pm 0,00014$ en de dempingsverhouding ζ is gemiddeld $0,00906 \pm 0,00002$.

Tabel 7: Damping van de vlasvezel-epoxyplaat met sizing bij 39 Hz

	t_1 [s]	V_1 [mm/s]	t_2 [s]	V_2 [mm/s]	N	δ	ζ
1	5,6588	12,5098	6,5935	1,0621	36,4533	0,06766	0,01077
2	6,6687	12,4338	7,6035	1,0540	36,4572	0,06769	0,01077
3	6,7348	11,8281	7,6697	1,0196	36,4611	0,06722	0,01070
4	6,6475	12,4446	7,5824	1,0507	36,4611	0,06779	0,01079
5	6,5974	12,4903	7,5325	1,0538	36,4689	0,06780	0,01079

Tabel 8: Damping van de vlasvezel-epoxyplaat met sizing bij 66,3 Hz

	t_1 [s]	V_1 [mm/s]	t_2 [s]	V_2 [mm/s]	N	δ	ζ
1	7,8493	11,7111	8,4590	1,0285	40,4231	0,06017	0,00958
2	7,8208	11,7262	8,4306	1,0254	40,4297	0,06027	0,00959
3	5,7634	12,4003	6,3878	1,0130	41,3977	0,06051	0,00963
4	4,9200	11,8383	5,5298	1,0310	40,4297	0,06037	0,00961
5	5,8282	12,2104	6,4379	1,0729	40,4231	0,06016	0,00957

4.3.3. Damping van vlasvezel-epoxy zonder sizing

Tabel 9 geeft de dempingsmeting van de torsiemode (37,5 Hz) weer. Het logaritmisches decrement δ is gemiddeld $0,11415 \pm 0,00085$ en de dempingsverhouding ζ is gemiddeld $0,01816 \pm 0,00014$. Tabel 10 geeft de dempingsmeting van de buigmode (62 Hz) weer. δ is gemiddeld $0,07760 \pm 0,00096$ en de dempingsverhouding ζ is gemiddeld $0,01235 \pm 0,00015$.

Tabel 9: Damping van de vlasvezel-epoxyplaat zonder sizing bij 37,5 Hz

	t_1 [s]	V_1 [mm/s]	t_2 [s]	V_2 [mm/s]	N	δ	ζ
1	5,7147	11,5631	6,2753	1,0629	21,0225	0,11354	0,01807
2	4,4519	12,5694	5,0404	1,0178	22,0688	0,11390	0,01812
3	5,7812	12,6140	6,3691	1,0029	22,0463	0,11485	0,01828
4	7,3901	12,3703	7,9516	1,0934	21,0563	0,11522	0,01833
5	5,4987	12,2661	6,0890	1,0003	22,1363	0,11323	0,01802

Tabel 10: Damping van de vlasvezel-epoxyplaat zonder sizing bij 62 Hz

	t_1 [s]	V_1 [mm/s]	t_2 [s]	V_2 [mm/s]	N	δ	ζ
1	6,6485	12,0549	7,1711	1,0193	32,4012	0,07624	0,01213
2	5,5042	12,6172	6,0107	1,0587	31,4030	0,07891	0,01256
3	6,1486	11,6064	6,6548	1,0109	31,3844	0,07777	0,01238
4	5,0327	11,9081	5,5383	1,0398	31,3472	0,07778	0,01238
5	6,5286	12,5012	7,0512	1,0212	32,4012	0,07731	0,01230

4.3.4. Vergelijking van de resultaten

Uit de meetresultaten blijkt dat de dempingsverhouding van het vlasvezel-epoxy composiet zonder sizing hoger is dan de dempingsverhouding van het vlasvezel-epoxycomposiet met sizing.

ζ	met sizing	zonder sizing
torsiemode	$0,01076 \pm 0,00004$	$0,01816 \pm 0,00014$
Buigmode	$0,00906 \pm 0,00002$	$0,01235 \pm 0,00015$

Vermits deze platen volledig identiek zijn op de sizing van de vlasvezels na, kan besloten worden dat de sizing (of interface) van de vlasvezels verantwoordelijk is voor het minder goede dempingsgedrag van de vlasvezel-epoxyplaat met behandelde vlasvezels.

Wanneer de vezels niet behandeld zijn, is de hechting tussen vezel en matrix niet goed, zeker in het geval van natuurlijke vezels. Het verband tussen onbehandelde vezels en een zwakke vezel-matrix adhesie wordt nog eens experimenteel aangetoond door de driepuntsbuigproef en het microscopisch onderzoek in de volgende paragrafen.

In enkele papers werd een zwakke adhesie reeds gerelateerd aan een goed dempingsgedrag voor verschillende types composieten. Als de vezels niet sterk gehecht zijn aan de matrix, kan slip en bijgevolg wrijving optreden aan de interface. Deze wrijving zorgt voor energiedissipatie en verbetering van het dempingsgedrag [35]. In de paper van John et al. [34] bijvoorbeeld was de dempingsverhouding van een propyleenmatrix versterkt met onbehandelde vlasvezels hoger dan de dempingsverhouding van dezelfde matrix versterkt met behandelde vlasvezels. Hetzelfde resultaat werd reeds vastgesteld in de paper van Kahn et al. [36] voor een epoxymatrix versterkt met behandelde en onbehandelde koolstofvezels en koolstofnanobuisjes.

4.4. Adhesiegedrag

4.4.1. Inleiding

Op volledig analoge wijze als in hoofdstuk 3 wordt een buigproef uitgevoerd om de vezel-matrix adhesie te bepalen. Hiervoor wordt de internationale ASTM D790-03 standaard [42] opnieuw toegepast. Uit beide composietplaten worden vijf proefstukken gesneden met als afmetingen $10\text{ cm} \times 1,27\text{ cm} \times 0,21\text{ cm}$. Het zijvlak van deze proefstukken wordt hierna gepolijst.

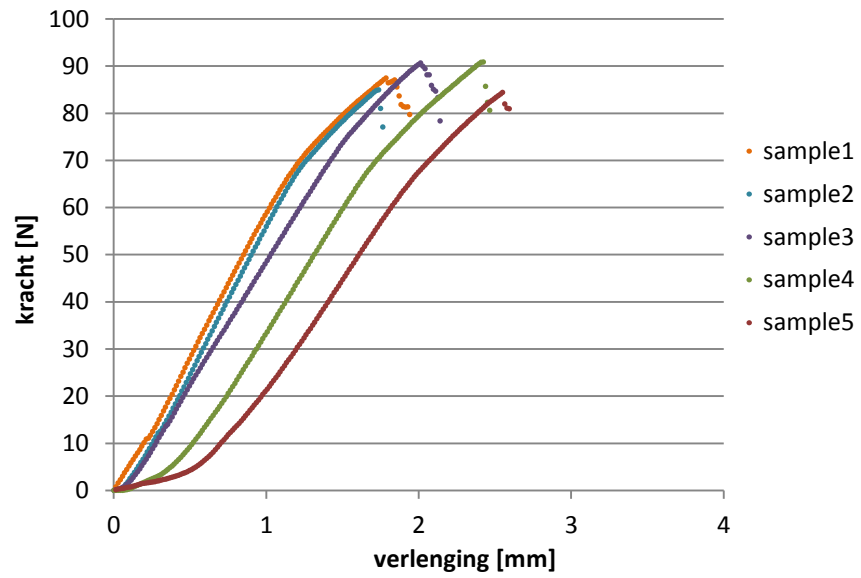
Vervolgens worden de proefstukken parallel met de vezelrichting gebroken in een driepuntsbuigproef, zodat twee breukoppervlakken ontstaan die onderzocht kunnen worden: een translaminair en een intralaminair breukoppervlak. Deze breukoppervlakken zullen onderzocht worden met de optische microscoop en de elektronenmicroscoop.

4.4.2. Driepuntsbuiging

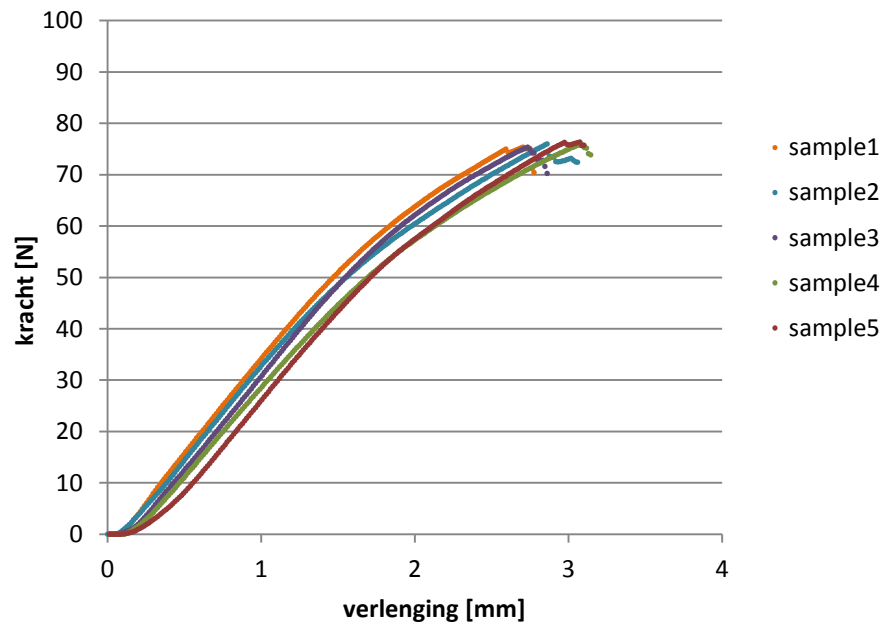
Voor het uitvoeren van de driepuntsbuigproef wordt gebruik gemaakt van een Instron 5569 systeem met een loadcel van 1 kN, zoals in hoofdstuk 2.

Figuur 75 geeft de kracht-verlengingsgrafiek weer voor de proefstukken met behandelde vlasvezels. De curve van sample 2 werd 0,05 mm opgeschoven langsheen de x-as omdat de curve van sample 1 anders niet meer zichtbaar was. De eerste scheurvorming trad reeds op bij ongeveer 70 N, waarna de scheur verder propageerde tot de maximale kracht werd bereikt, die gemiddeld $87,7\text{ N} \pm 3,1$ bedroeg. Deze overgang is ook zichtbaar op de grafiek.

Figuur 76 geeft de kracht-verlengingsgrafiek weer voor de proefstukken met onbehandelde vlasvezels. De gemiddelde kracht bedraagt $75,8\text{ N} \pm 0,4$, wat lager is dan de gemiddelde kracht bij proefstukken met behandelde vlasvezels. Ook de helling van de curves, die een maat is voor de stijfheid van het materiaal, is opmerkelijk lager.



Figuur 75: Resultaat voor epoxy met behandelde vlasvezels



Figuur 76: Resultaat voor epoxy met onbehandelde vlasvezels

De buigspanning en de elasticiteitsmodulus worden berekend met de vergelijkingen van de internationale ASTM D790-03 standaard testmethode zoals toegepast in hoofdstuk 3. In de uitdrukking voor de buigspanning σ (MPa) is P de maximale belasting (in N), b de breedte van het proefstuk (in mm), d de dikte van het proefstuk (in mm) en L de support span (in mm).

$$\sigma = \frac{3 P \cdot L}{2 b \cdot d^2} = \frac{3 P \cdot (32)}{2 (12,7) \cdot (2,1)^2}$$

In onderstaande uitdrukking voor de elasticiteitsmodulus E (MPa) staat m voor de helling van de raaklijn aan het steilste initiële gedeelte van de kracht-verlengingscurve in N/mm.

$$E = \frac{L^3 \cdot m}{4 \cdot b \cdot d^3} = \frac{(32)^3 \cdot m}{4 \cdot (12,7) \cdot (2,1)^3}$$

Tabel 11 geeft de resultaten weer voor de buigspanning en de elasticiteitsmodulus. De gemiddelde buigspanning en elasticiteitsmodulus van de proefstukken met behandelde vlasvezels (met sizing) zijn duidelijk hoger dan deze van de proefstukken met onbehandelde vlasvezels (zonder sizing).

Tabel 11: Buigspanning en elasticiteitsmodulus

1 kN	Met sizing		Zonder sizing		Met sizing		Zonder sizing	
	P(N)	σ (MPa)	P(N)	σ (MPa)	m	E (MPa)	m	E (MPa)
sample 1	87,5	149,9	75,4	129,2	63,0	4391,3	36,2	2523,7
sample 2	84,9	145,6	76,0	130,3	63,6	4430,2	35,0	2439,0
sample 3	90,7	155,4	75,4	129,2	52,1	3626,3	36,7	2554,7
sample 4	90,9	155,8	75,9	130,0	52,2	3638,9	33,3	2321,6
sample 5	84,4	144,7	76,4	130,9	47,4	3303,7	35,4	2467,2
gem.	87,7	150,3	75,8	129,9	55,7	3878,1	35,3	2461,3
stdev.	3,1	5,2	0,4	0,7	7,2	504,7	1,3	90,4

Wanneer materialen vergeleken worden die volledig identiek zijn op de sizing van de vezels na, kan de transverse buigspanning gebruikt worden als indicatie voor de hechting tussen vezel en matrix.

Dit was reeds onderzocht in de experimenten van Hoecker et al. [38] en Drzal et al. [59], voor composieten van epoxyhars versterkt met onbehandelde en behandelde koolstofvezels. In het artikel van Hoecker et al. werd gebruik gemaakt van een Araldite LY 556 epoxyhars versterkt met PAN-gebaseerde Tenax koolstofvezels, en in het artikel van Drzal et al. gebruikte men een amine-gebaseerde epoxy matrix versterkt met PAN-gebaseerde A4 Hercules koolstofvezels. De proefstukken met onbehandelde koolstofvezels, dus met een zwakke hechting tussen vezel en matrix, vertoonden telkens een lagere transversale buigspanning dan de proefstukken met behandelde koolstofvezels. Een hogere buigspanning wijst dus op een betere hechting tussen vezel en matrix. In beide papers werd bovendien ook geverifieerd dat de hechting tussen vezel en matrix in het geval van de behandelde koolstofvezels beter was, door microscopische beelden van het intralaminair breukoppervlak voor beide types composieten onderling te vergelijken. Het vezeloppervlak van de behandelde koolstofvezels vertoonde duidelijk meer resterend matrixmateriaal.

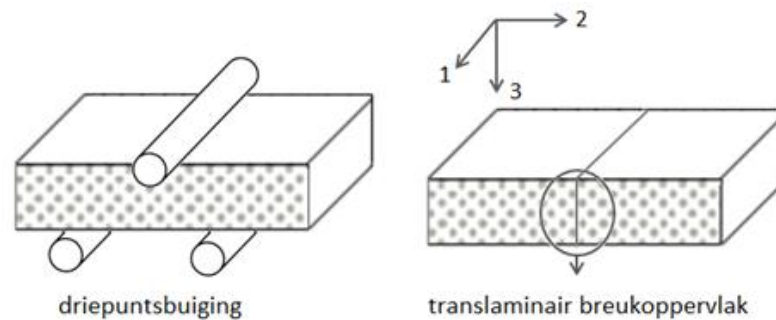
De resultaten uit Tabel 11 tonen aan dat in deze masterproef dezelfde conclusie kan gemaakt worden voor de vlasvezel-epoxy composieten met behandelde en onbehandelde vezels. De samples met onbehandelde vezels, waar de vezel-matrix adhesie bijgevolg minder goed is, hebben inderdaad een lagere buigspanning dan de samples met behandelde koolstofvezels, waar vezel-matrix adhesie beter is. In de volgende paragraaf zullen de breukoppervlakken voor de proefstukken met de behandelde en onbehandelde vlasvezels microscopisch vergeleken worden, om te verifiëren dat de hechting in het geval van de onbehandelde vlasvezels minder goed is.

Niet alleen de buigspanning, maar ook de elasticiteitsmodulus is lager bij de proefstukken met onbehandelde vlasvezels dan bij de proefstukken met behandelde vezels. Tijdens de transversale buigproef wordt immers vooral de matrix gebroken, en de onbehandelde vlasvezels hebben slechts een beperkte invloed door hun zwakke hechting met de matrix. Dit kan ook verklaren waarom er minder spreiding zit op de resultaten van de proefstukken met onbehandelde vlasvezels ten opzichte van de resultaten van de proefstukken met behandelde vlasvezels.

4.4.3. Microscopisch onderzoek

4.4.3.1. Translaminair breukoppervlak van de vlasvezel-epoxyplaat met sizing

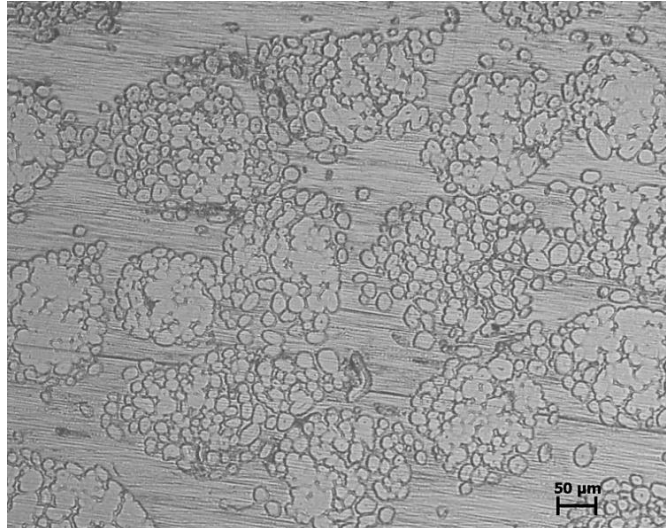
Het translaminair breukoppervlak geeft de dwarsdoorsnedes van de vezels weer, zoals aangeduid in Figuur 77. Op de figuren die volgen wordt opnieuw een assenstelsel aangebracht worden in de linkerbovenhoek om het breukverloop weer te geven. De 1-richting verloopt parallel met de vezels, de 2-richting bevindt zich loodrecht op de 1-richting in het vlak van het laminaat, en de 3-richting is parallel met de aangelegde kracht van de driepuntsbuigproef. Gebieden waarop ingezoomd wordt, zijn omkaderd door een wit vierkant en worden benoemd met een letter. Vervolgens wordt deze letter geplaatst in de rechterbovenhoek van het ingezoomde beeld.



Figuur 77: Translaminair breukoppervlak

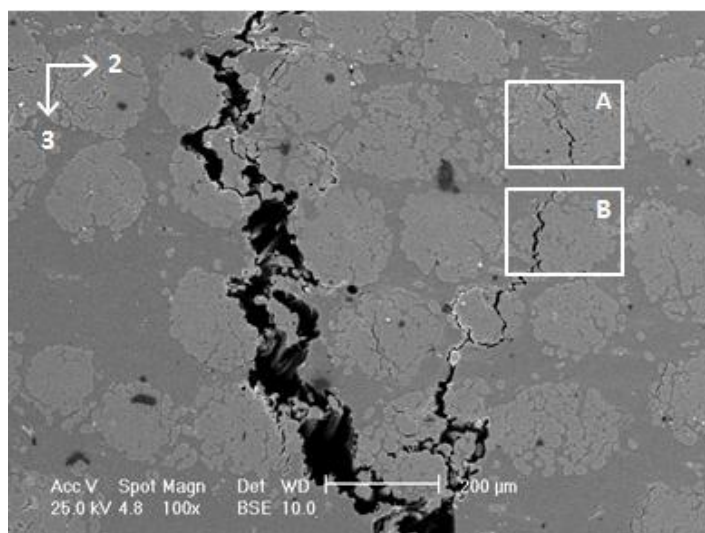
Om de translaminare breuk microscopisch te kunnen onderzoeken, is het nodig dat het oppervlak gepolijst is. Zoals reeds vermeld is het belangrijk dat polijsten reeds gebeurd is voordat de buigproef uitgevoerd wordt, omdat de scheur anders weer dicht gewreven kan worden.

Het beeld in Figuur 78, gemaakt met de optische microscoop, geeft het zijvlak weer na het polijsten maar voor het uitvoeren van de buigproef. Het beeld is erg gelijkaardig aan het gepolijste zijvlak van het vlasvezel-epoxy composiet gemaakt met de autoclaaf (Figuur 37). De individuele vezels zijn ook hier gegroepeerd in vezelbundels.



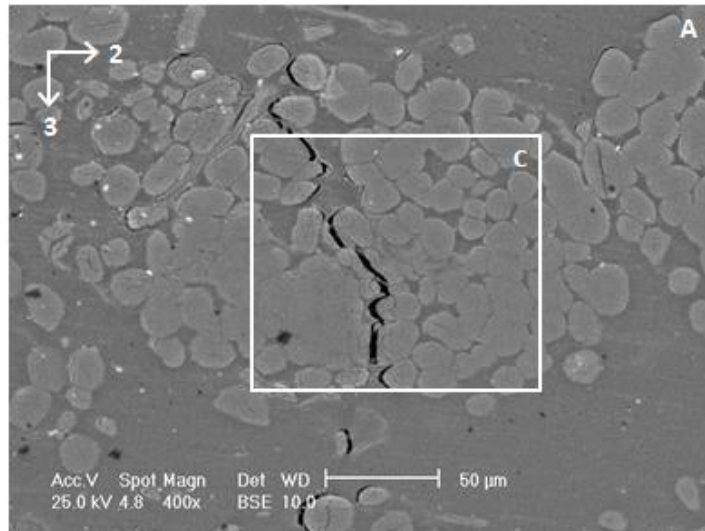
Figuur 78: Gepolijst zijvlak (glasvezels met sizing)

Na het polijsten tot 4000# kan de buigproef uitgevoerd worden. Figuur 79 geeft een beeld weer van het translaminaire breukoppervlak, gemaakt met de SEM. Hiervoor werden teruggekaatste elektronen (BSE) en een versnelspanning van 25 kV gebruikt. Er zal verder ingezoomd worden op de interne scheuren in gebieden A en B om het verloop van de breuk te bestuderen.

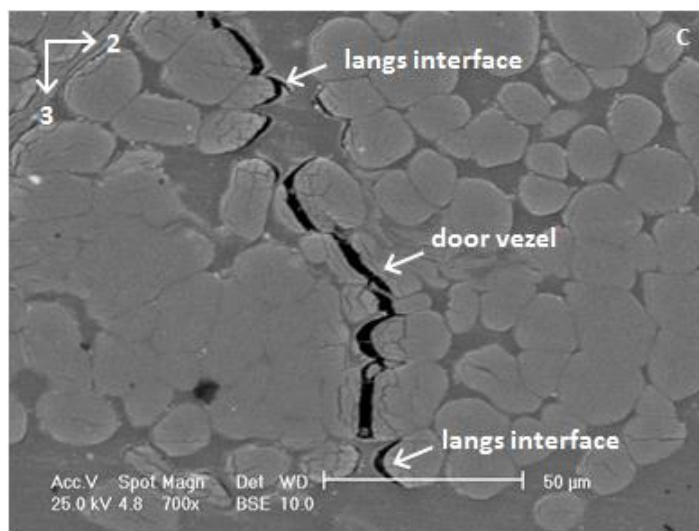


Figuur 79: Translaminaire breuk met de SEM

Figuur 80 geeft een vergroting weer van de vezelbundel in gebied A. Er wordt verder ingezoomd op gebied C in Figuur 81. Zoals aangeduid op de figuur, propageert de scheur soms langs de interface, maar soms ook dwars door de vezels. Dit verloop is vergelijkbaar met de autoclaaf-geproduceerde vlasvezel-epoxy composieten, waar ook dezelfde sizing werd gebruikt.

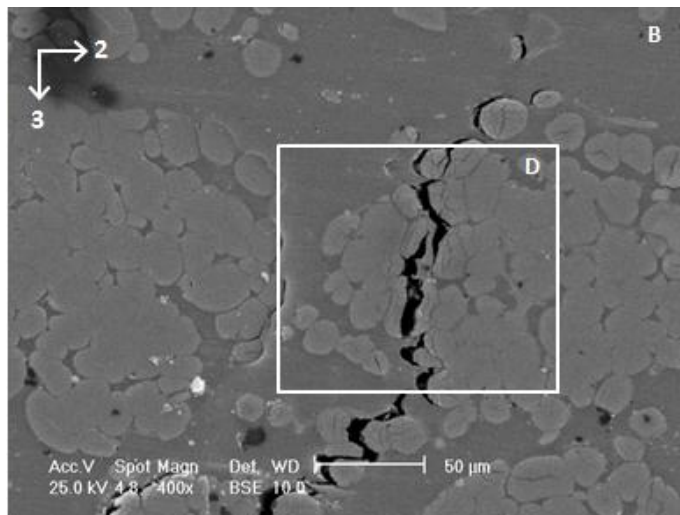


Figuur 80: Vergroting van gebied A

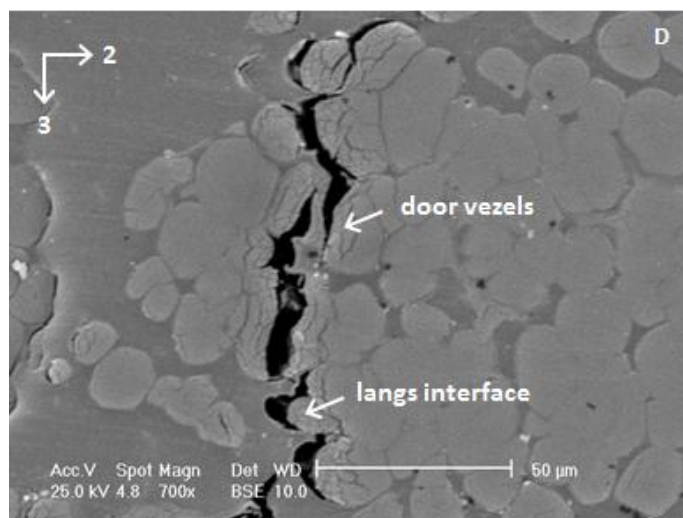


Figuur 81: Vergroting van gebied C

Figuur 82 geeft gebied B weer. Er wordt verder ingezoomd op gebied D, waar hetzelfde breukgedrag waar te nemen is. Het breken van vezels kan bij natuurlijke vezels duiden op een betere vezel-matrix adhesie. Deze beelden zullen vergeleken worden met het vlasvezel-epoxy composiet zonder sizing, waarvan verwacht wordt dat de hechting tussen vezel en matrix minder goed is omdat de vezels niet behandeld zijn, en omdat de waarde van de buigspanning lager is.



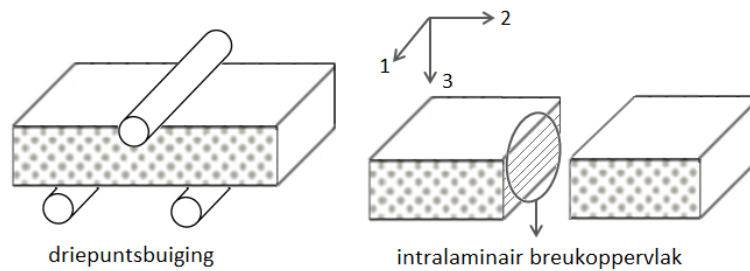
Figuur 82: Vergroting gebied B



Figuur 83: Vergroting gebied D

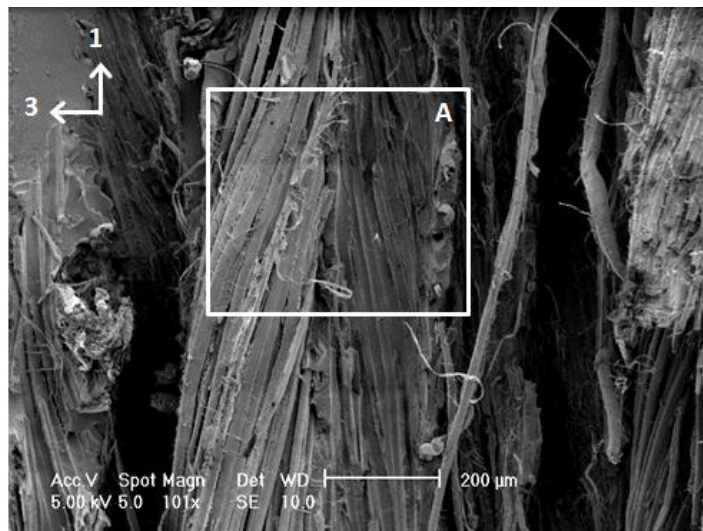
4.4.3.2. Intralaminair breukoppervlak van de vlasvezel-epoxyplaat met sizing

Bij het intralaminare breukoppervlak zijn de vezels in hun langsrichting zichtbaar, zoals weergegeven in Figuur 84. Op de beelden die volgen wordt opnieuw een assenstelsel aangebracht in de linkerbovenhoek om het verloop van de breuk weer te geven.



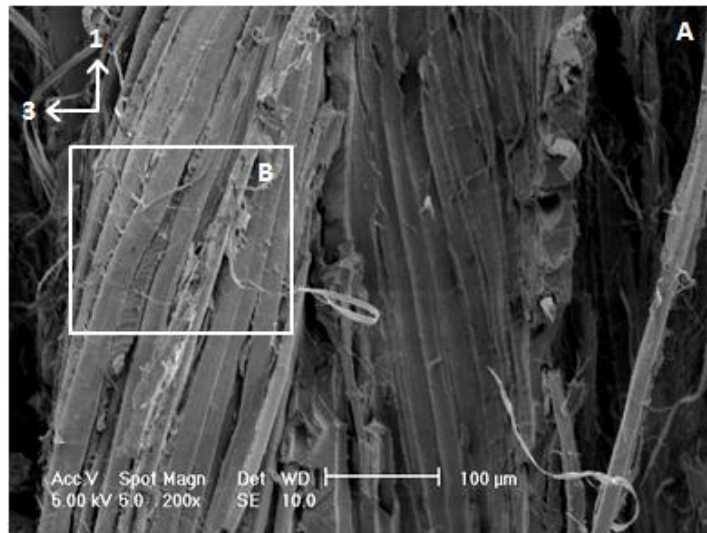
Figuur 84: Intralaminair breukoppervlak

Het intralaminare breukoppervlak is niet voldoende vlak om te kunnen bekijken met de optische microscoop. De SEM is beter geschikt om dit oppervlak te bestuderen. Figuur 85 geeft een beeld weer bekomen met secundaire elektronen bij een versnelspanning van 5 kV.

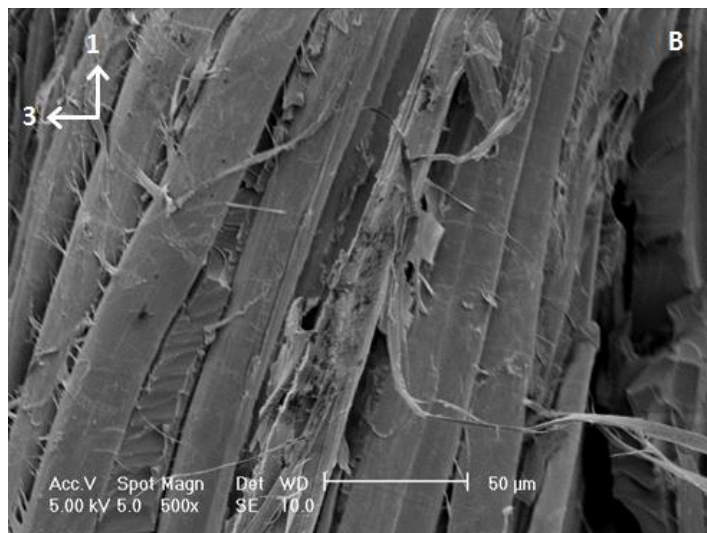


Figuur 85: Intralaminair breukoppervlak met de SEM

In Figuur 86 wordt ingezoomd op gebied A. Links is een losgetrokken vezelbundel zichtbaar (gebied B), en rechts bevinden zich de vezelafdrukken. Figuur 87 zoomt in op gebied B. Er zijn opnieuw witte microfibrillen zichtbaar en het vezeloppervlak lijkt vrij uitgerafeld. Dit beeld wordt later vergeleken met het vlasvezel-epoxy composiet zonder sizing, waarvan logischerwijze verwacht wordt dat de vezelmatrix adhesie minder goed is, om het verschil in hechting te kunnen vaststellen.



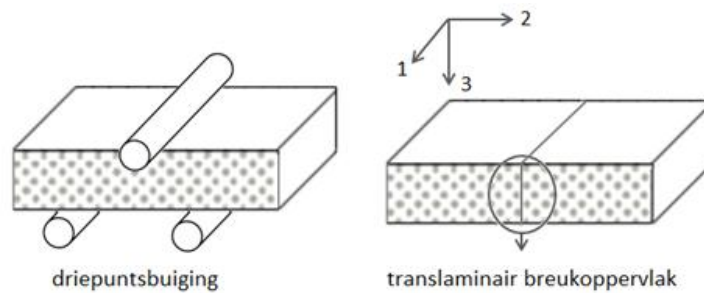
Figuur 86: Vergroting van gebied A



Figuur 87: Vergroting van gebied B

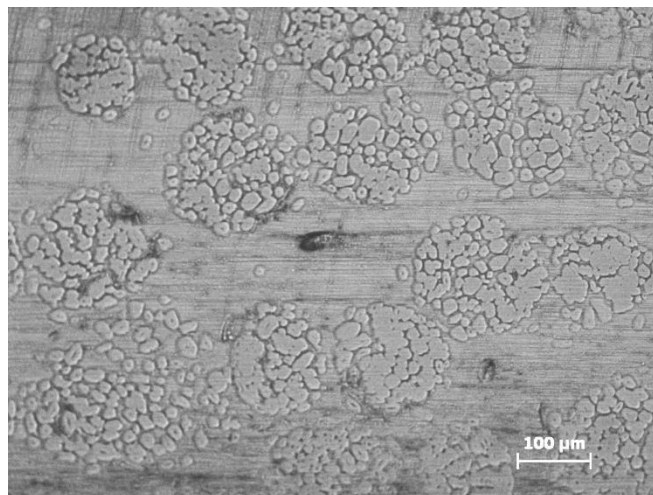
4.4.3.3. Translaminair breukoppervlak van de vlasvezel-epoxyplaat zonder sizing

Het translaminair breukoppervlak geeft de dwarsdoorsnedes van de vezels weer, zoals weergegeven in Figuur 88. Op de beelden die volgen zal telkens een assenstelsel aangebracht worden in de linkerbovenhoek om weer te geven hoe de breuk verloopt.



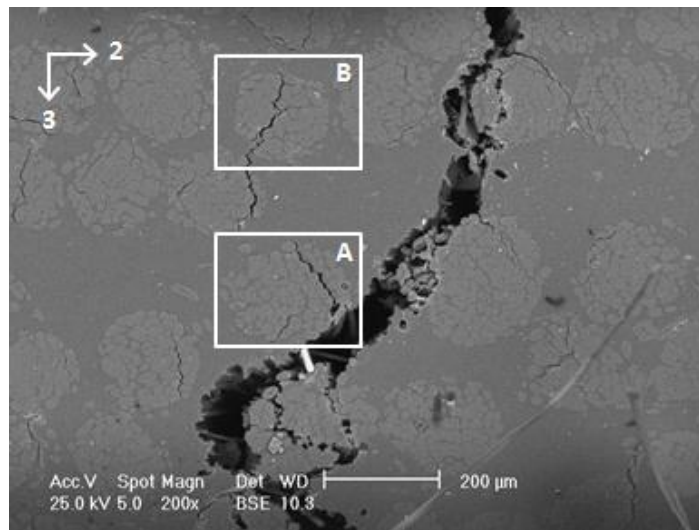
Figuur 88: Translaminair breukoppervlak

Om het translaminair breukoppervlak microscopisch te onderzoeken, moet het oppervlak reeds gepolijst zijn vooraleer de buigproef wordt uitgevoerd. Figuur 89 geeft een beeld gemaakt met de optische microscoop van het zijvlak na polijsten tot 4000#.

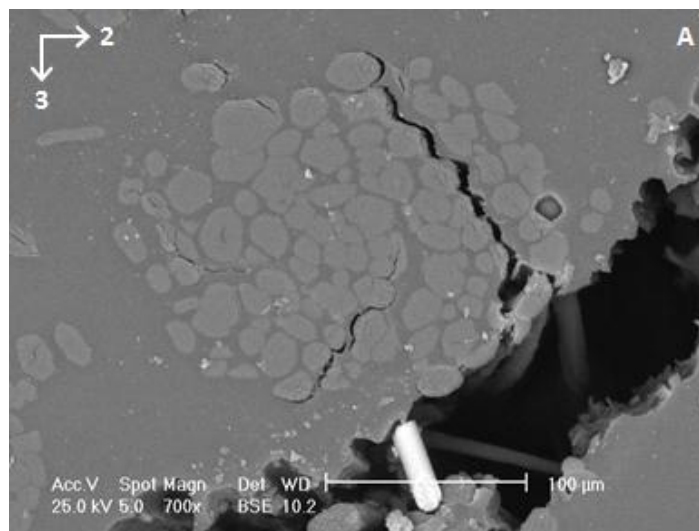


Figuur 89: Zijvlak na polijsten (vlasvezels zonder sizing)

Na het polijsten wordt de buigproef uitgevoerd en kan het breukoppervlak onderzocht worden met de elektronenmicroscop. Figuur 90 geeft een deel van dit breukoppervlak weer, gebruik makende van teruggekaatste elektronen (BSE) en een versnelspanning van 25 kV. Er wordt ingezoomd op interne scheuren om het breukverloop te kunnen bestuderen. Figuur 91 geeft een vergroting weer van gebied A, en Figuur 92 een vergroting van de scheur in gebied B.

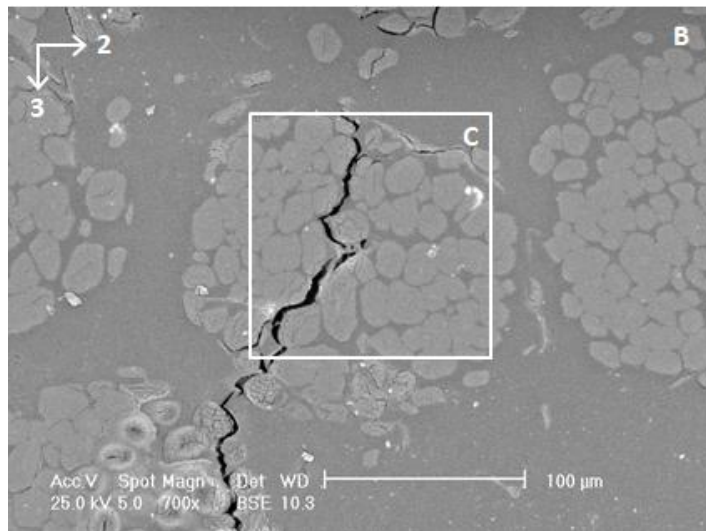


Figuur 90: Translaminare breuk met SEM

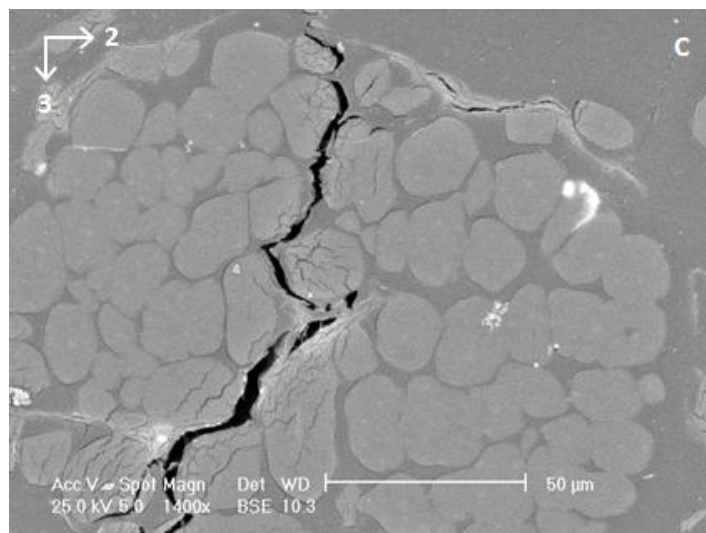


Figuur 91: Vergroting gebied A

In gebied A kan men zien dat de breuk propageert langs de interface. Ook in gebied B propageert de breuk vooral langs de interface, op eventueel een gebroken vezel onderaan na. Er kunnen dus wel enkele gescheurde vezels aanwezig zijn, maar veel minder dan bij het composiet met behandelde vlasvezels. De scheur propageert dus voornamelijk langs de interface. Dit bevestigt dat de vezel-matrix adhesie minder goed is wanneer de vlasvezels niet behandeld zijn.



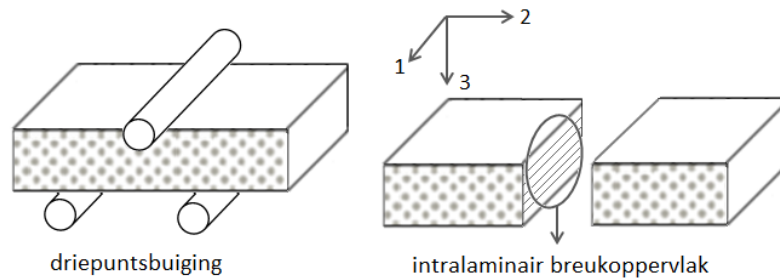
Figuur 92: Vergroting van gebied B



Figuur 93: Vergroting van gebied C

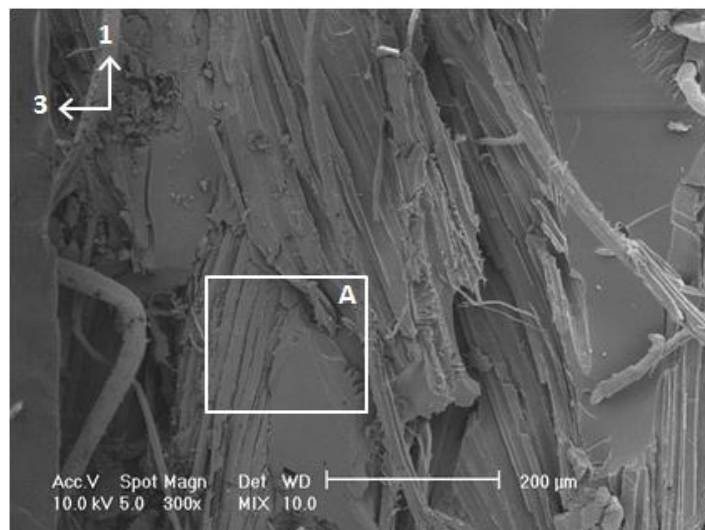
4.4.3.4. Intralaminair breukoppervlak van de vlasvezel-epoxyplaat zonder sizing

Het intralaminare breukoppervlak toont de vezels in hun langsrichting. Op de microscopische beelden die volgen wordt opnieuw een assenstelsel aangebracht in de linkerbovenhoek.



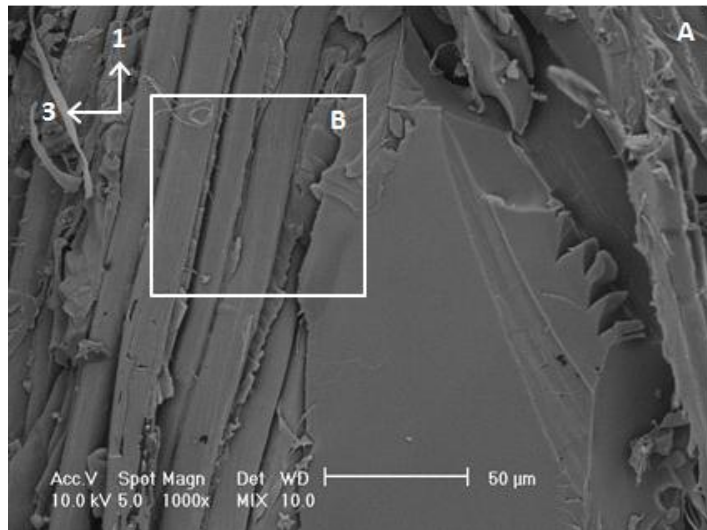
Figuur 94: Intralaminair breukoppervlak

Het intralaminare breukoppervlak wordt best bekeken met de SEM. Figuur 95 geeft een beeld weer bekomen met een mix van SE en BSE bij een versnelspanning van 10 kV. Er zijn vrij grote, effen matrixgebieden zichtbaar op de figuur.

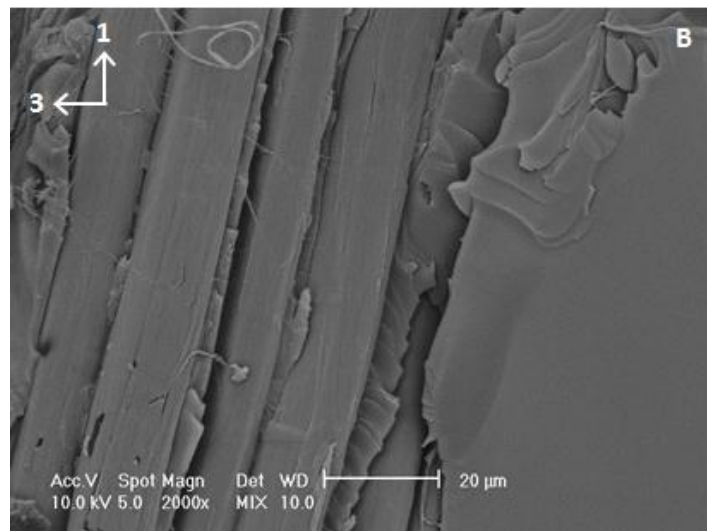


Figuur 95: Intralaminare breuk met SEM

Figuur 96 geeft een vergroting weer van gebied A, met aan de linkerzijde een vezelbundel waarop verder wordt ingezoomd in Figuur 97. Het oppervlak van de vezels is iets gladder dan bij de vlasvezel-epoxy composieten met sizing. Er zijn nog enkele microfibril draadjes zichtbaar, maar in het algemeen zijn de vezels minder uitgerafeld vergeleken met het vezeloppervlak van het composiet met de behandelde vezels (Figuur 87), wat de minder goede vezel-matrix adhesie bevestigt.



Figuur 96: Vergroting van gebied A



Figuur 97: Vergroting van gebied B

Hoofdstuk 5:

Conclusie en verder onderzoek

5.1. Bespreking resultaten

In hoofdstuk drie werd een vlasvezel-epoxy composietplaat vergeleken met een koolstofvezel-epoxy composietplaat, beiden geproduceerd op basis van prepregs volgens het autoclaafproces. Bij de vlasvezel-epoxyplaat werden de vlasvezels behandeld met de Lineo-sizing en is de epoxymatrix van het type Araldite LY5150. Bij de koolstofvezel-epoxyplaat werden de koolstofvezels behandeld met sizing 50B en is de epoxymatrix van het type M18.

Deze platen werden op dezelfde afmetingen gesneden, waarna de dempingsmetingen konden uitgevoerd worden. De dempingsverhouding van de vlasvezel-epoxyplaat bleek hoger te zijn dan de dempingsverhouding van de koolstofvezel-epoxyplaat. De twee belangrijkste parameters die verantwoordelijk kunnen zijn voor dit verschil in dempingsgedrag, zijn het type vezel en de vezel-matrix interface. Een andere parameter, waarvan de invloed vermoedelijk slechts beperkt is, is het type matrix. Beide composieten bestaan uit een epoxymatrix, maar deze zijn afkomstig van twee verschillende fabrikanten. Omdat de composietplaten werden gemaakt op basis van prepregs, was het immers niet mogelijk exact hetzelfde type epoxymatrix te gebruiken.

De rol van de vezel-matrix interface werd onderzocht door de twee types breukoppervlakken, die ontstaan na de driepuntsbuiging, te observeren met de elektronenmicroscop.

De vezel-matrix adhesie van het koolstofvezel-epoxy composiet is vrij zwak. Bij het translaminaire breukoppervlak propageerde de scheur immers enkel langs de interface en niet door de matrix, en bij het intralaminaire breukoppervlak was te zien dat de koolstofvezels vrij glad en effen waren, met weinig resterend matrix-materiaal. In overeenstemming met beelden uit de literatuur wijst dit op een zwakke adhesie tussen vezel en matrix.

De vezel-matrix adhesie van het vlasvezel-epoxy composiet is vermoedelijk vrij goed. Bij het translaminaire breukoppervlak propageerde de scheur zowel langs de interface als door de vezels. Het is mogelijk dat door de multilagenstructuur van natuurlijke vlasvezels, een scheur dwars door de vezels wijst op een goede hechting. Bij het intralaminaire breukoppervlak was te zien dat de vlasvezels gerafeld en beschadigd waren, wat ook kan wijzen op een goede vezel-matrix adhesie.

Het koolstofvezel-epoxy composiet, dat een zwakke vezel-matrix adhesie vertoont, heeft dus een lagere dempingsverhouding dan het vlasvezel-epoxy composiet, dat vermoedelijk een goede vezel-matrix adhesie vertoont. Nochtans wordt een minder goede adhesie gelinkt aan een beter dempingsgedrag. Vermits dit hier niet het geval is, kan dit erop wijzen dat niet de vezel-matrix interface, maar de vlasvezel zelf het dempingsgedrag bepaalt.

In het geval van het koolstofvezel-epoxy composiet kon met zekerheid vastgesteld worden dat de vezel-matrix adhesie niet goed is, vermits er vergelijking mogelijk was met beelden uit verschillende artikels waarin koolstofvezel-epoxy composieten onderling vergeleken werden. Bij het vlasvezel-epoxy composiet daarentegen was geen vergelijking mogelijk met beelden uit de literatuur om met zekerheid te kunnen concluderen dat de vezel-matrix adhesie goed is.

Vandaar dat de invloed van de vezel-matrix interface verder onderzocht werd in hoofdstuk 4, door twee vlasvezel-epoxy composieten te vergelijken die volledig identiek zijn op de vezel-matrix adhesie na: een composietplaat met onbehandelde vezels (geen sizing) en een composietplaat met behandelde vezels (Lineo-sizing). Deze twee composietplaten werden geproduceerd via het RTM-proces (*resin transfer molding*). Bij dit proces werd een RIMR 135 epoxyhars gebruikt.

Als resultaat van de dempingsmetingen bleek de dempingsverhouding van het composiet met onbehandelde vlasvezels hoger te zijn dan de dempingsverhouding van het composiet met behandelde vlasvezels.

Dit is in overeenstemming met wat John et al. [34] en Wu et al. [35] vaststelden bij hun experimenten met verschillende composieten, die ook volledig identiek waren op de sizing van de vezels na. Wanneer de vezels niet sterk gehecht waren aan de matrix, trad slip en wrijving op aan de interface. Deze wrijving zorgde voor energiedissipatie en verbetering van het dempingsgedrag.

Dat de vezel-matrix hechting van het het vlasvezel-epoxy composiet met onbehandelde vlasvezels niet goed is, werd experimenteel bevestigd door de lagere buigspanning en het microscopisch onderzoek. Bij het translaminaire breukoppervlak propageerde de breuk immers voornamelijk langs de interface en waren er weinig tot geen gebroken vezels zichtbaar, en bij het intralaminaire breukoppervlak waren de vlasvezels weinig beschadigd.

Het composiet met behandelde vezels heeft een betere vezel-matrix adhesie. Bij translaminaire breukoppervlak propageerde de scheur immers vaak dwars door de vezels en bij het intralaminaire breukoppervlak bleken de vlasvezels meer gerafeld en beschadigd te zijn dan bij het composiet met onbehandelde vezels.

5.2. Besluit

Het RTM-geproduceerde vlasvezel-epoxy composiet met behandelde vlasvezels (Lineo sizing) vertoont dus een betere vezel-matrix adhesie dan RTM-geproduceerde vlasvezel-epoxy composiet met onbehandelde vlasvezels (zonder sizing), en bijgevolg een minder goed dempingsgedrag.

De beelden van de breukoppervlakken van het RTM-geproduceerde vlasvezel-epoxy composiet met behandelde vlasvezels (Lineo sizing) kunnen vervolgens vergeleken worden met de beelden van de breukoppervlakken van het autoclaaf-geproduceerde vlasvezel-epoxy composiet, dat eveneens behandelde vlasvezels heeft (Lineo sizing). Deze waarnemingen bevestigen wat reeds vermoed werd in hoofdstuk 3, namelijk dat het autoclaaf-geproduceerde vlasvezel-epoxy composiet een vrij goede vezel-matrix adhesie vertoont.

Zoals eerder vermeld, vertoont dit autoclaaf-geproduceerde vlasvezel-epoxy composiet, ondanks zijn vrij goede vezel-matrix hechting, toch een beter dempingsgedrag dan het koolstofvezel-epoxy composiet, terwijl deze net een zwakke vezel-matrix hechting heeft (relatief gezien ten opzichte van andere koolstofvezelversterkte composieten). Dit toont aan dat het vermoedelijk de vlasvezel zelf is die verantwoordelijk is voor het betere dempingsgedrag, en niet de vezel-matrix interface. Natuurlijke vlasvezels kunnen beter trillingen dempen dan synthetische koolstofvezels door hun poreuze multilagenstructuur, waarlangs de vibraties kunnen penetreren tot in het holle lumen.

5.3. Verder onderzoek

De voornaamste parameters, namelijk het type vezel en de vezel-matrix interface, werden reeds onderzocht. Een andere parameter die eventueel nog een rol kan spelen bij het dempingsgedrag is het type epoxy matrix, die voor de prepreg-gebaseerde composieten afkomstig was van verschillende fabrikanten. Er wordt vermoed dat de invloed hiervan slechts beperkt is, maar verder onderzoek zou hierover uitsluitel kunnen geven. Zo kan bijvoorbeeld het dempingsgedrag vergeleken worden van de zuivere Araldite LY5150 matrix ten opzichte van de zuivere M18 epoxy matrix, indien het mogelijk zou zijn deze materialen afzonderlijk te bekomen. De koolstofvezel-epoxy plaat zou eventueel ook opnieuw geproduceerd kunnen worden met het RTM-proces. Op die manier wordt dezelfde epoxy matrix gebruikt als bij het RTM-geproduceerde vlasvezel-epoxy composiet (met sizing), zodat het mogelijk is om het dempingsgedrag van deze twee platen onderling te vergelijken, met enkel het type vezel en de vezel-matrix interface als bepalende parameters.

Een andere vergelijking die nog kan gemaakt worden, is deze tussen het autoclaaf-geproduceerde vlasvezel-epoxy composiet en het RTM-geproduceerde vlasvezel-epoxy composiet met behandelde vezels. Indien de composietplaten op dezelfde afmetingen gesneden worden, kan de dempingsverhouding opnieuw bepaald worden zodat de twee platen onderling vergeleken kunnen worden. Deze composieten zijn beiden versterkt met vlasvezels met dezelfde sizing en bestaan uit evenveel lagen vezelweefsel. De productiemethode en het gebruikte type epoxyhars zijn echter verschillend, namelijk Araldite LY5150 epoxy tegenover RIMR 135 epoxy. Dit kan ook een beeld geven van de mogelijke invloed van het type epoxyhars op het dempingsgedrag.

Eventueel kunnen ook de vezelvolumefracties van de autoclaaf-geproduceerde koolstofvezel-epoxy en vlasvezel-epoxy composieten onderzocht worden. Volgens de datasheets is de vezelvolumefractie voor beide composieten 60%, maar omdat het autoclaafproces lichtjes verschillend is, zouden de waarden wat kunnen afwijken. Er wordt vermoed dat de invloed van dit verschil op het dempingsgedrag slechts beperkt is, wat verder onderzoek zou kunnen uitwijzen. Bij het vlasvezel-epoxy composiet kan men ook de vezelvolumefractie in een vezelbundel beschouwen, vermits de vezels niet verspreid zijn in de matrix zoals bij het koolstofvezel-epoxy composiet.

Lijst van referenties

- [¹] J. DEGRIECK, Composieten, cursus universiteit Gent (2007)
- [²] D. WILLIAM & J. CALLISTER, Materials science and engineering: an introduction, 7^{de} editie, John Wiley & Sons Inc., New York (2007)
- [³] C. MEPLON, Van bakeliet tot composiet, De Standaard (2002, 2 november)
- [⁴] G. LUBIN & S. PETERS, Handbook of composites, 2^{de} editie, Chapman & Hall, Cambridge (1998)
- [⁵] P. KIEKENS, Geavanceerde vezels en afgeleide materialen, cursus universiteit Gent (2009)
- [⁶] J. BAETS, The natural flax and hemp vegetation fibres of Europe, European confederation of flax and hemp (2011)
- [⁷] M. BOS, J. MUSSIG & M. VAN DEN OEVER, Mechanical properties of short-flax-fibre reinforced compounds, Composites part A, Volume 37, issue 10, (2006), 1591-1604
- [⁸] P. KIEKENS, vezelmaterialen, cursus universiteit Gent (2010)
- [⁹] D. CHUNG, Carbon fibre composites, 1^{ste} editie, Butterworth-Heinemann, Newton (1994)
- [¹⁰] www.rrhenius.ucsd.edu/miakel/Miakel_B.html (oktober 2011)
- [¹¹] www.wikipedia.org/wiki/Thermosetting_polymer (oktober 2011)
- [¹²] A. BOLIJN, Thermoharders kort en bondig, Saxion Hogeschool (2008)
- [¹³] R. DEBDATTA, epoxy composites: impact resistance and flame retardancy, Smithers Rapra Press, Shawbury (2005)
- [¹⁴] L. NORWOOD, Handbook of polymer composites for engineers, 1^{ste} editie, Woodhead Publishing Ltd, Cambridge (1994)
- [¹⁵] H. SUONG, Principles of the manufacturing of composite material, 1^{ste} editie, DeStech Publications Inc., Lancaster (2009)
- [¹⁶] www.astorit.ch/fileadmin/publikationen_f/prepreg/LY5150_Aradur5021_XB3471_E.pdf
- [¹⁷] J. DE THAYE, Autoclave manual for the production of flax UD and flax carbon test specimen, universiteit Gent (2009)
- [¹⁸] www.toraycfa.com/pdfs/M55JDataSheet.pdf (december 2011)
- [¹⁹] www.hexcel.com/Resources/DataSheets/Prepreg-DataSheets/M18_eu.pdf (december 2011)
- [²⁰] N. LAMMENS, Autoclave manual to successful composite production, universiteit Gent (2009)
- [²¹] J. JEWETT & R. SERWAY, Physics for scientists and engineers with modern physics, 7^{de} editie, Thomson Brooks/Cole, Londen (2008)
- [²²] P. MACIOCE, Viscoelastic damping 101, Rouch Industries Inc., Livonia Michigan (2003)
- [²³] M. COLAKOGLU, Damping and vibration analysis of polyethene fiber composite under varied

- temperature, Turkish J. Eng. Env. Sci., Volume 30 (2006) 351-357
- [²⁴] J. VANWALLEGHEM, Study of the damping and vibration behavior of flax-carbon composite bicycle racing frames, thesis universiteit Gent (2010)
- [²⁵] www.museeuwbikes.be/bikes/race/mf-5 (mei 2012)
- [²⁶] J. RENNINGER, Understanding damping techniques for noise and vibration control, Plant engineering , Volume 33 (1984) 34-40
- [²⁷] D. JONES, Handbook of viscoelastic vibration damping , 1ste editie, John Wiley & Sons, ChiChester (2001)
- [²⁸] www.teacher.pas.rochester.edu/PHY235/LectureNotes/Chapter03 (maart 2012)
- [²⁹] www.alpcentauri.info/damped_harmonic_motion.html (maart 2012)
- [³⁰] J. DE THAYE, Determination of the static mechanical behaviour of flax-carbon raceframes, thesis universiteit Gent (2010)
- [³¹] www.lineo.eu/#!/products (maart 2012)
- [³²] J. ARENAS & M. CROCKER, Recent Trends in Porous Sound-Absorbing Materials, Sound and vibration magazine (juli 2010)
- [³³] M. JOHN & S. THOMAS, Biofibres and biocomposites, Carbohydrate Polymers, Volume 71, Issue 3 (2007) 343-364
- [³⁴] M. JOHN & R. ANANDJIWALA, Chemical modification of flax reinforced polypropylene composites, Composites part A, Volume 40, Issue 4 (2009) 442-448
- [³⁵] H. WU & W. GU, Non-destructive characterization of fibre-matrix adhesion in composites by vibration damping, Journal of material science, Volume 32, Issue 7 (1997) 1795-1798
- [³⁶] S. KHAN, C. LI, N. SIDDIQUI & J. KIM, Vibration damping characteristics of carbon fibre-reinforced composites, containing multi-walled carbon nanotubes, Composites Science and Technology, Volume 71, Issue 12 (2011) 1486-1494
- [³⁷] L. YE, A. AFAGHI, G. LAWCOCK & Y. MAI, Effect of fibre/matrix adhesion on residual strength of notched composite laminates, Composites Part A, Volume 29, Issue 12 (1998) 1525-1533.
- [³⁸] F. HOECKER, K. FRIEDRICH, H. BLUMBERG & J. KARGER-KOCSIS, Effect of fiber/matrix adhesion of on off-axis mechanical response in carbon-fiber/epoxy-resin composites, Composites Science and Technology, Volume 54, Issue 3 (1995) 317-327
- [³⁹] G. LAWCOCK, L. YE, Y. MAI & C. SUN, Effects of fibre/matrix adhesion on carbon-fibre reinforced metal laminates – I. residual strength, Composites Science and Technology, Volume 57, Issue 12 (1998) 1609-1619

- [⁴⁰] E. GREENHALGH, Failure analysis and fractography of polymer composites, 1^{ste} editie, Woodhead Publishing, Cambridge (2009)
- [⁴¹] www.wikipedia.org/wiki/Buigproef (november 2011)
- [⁴²] ASTM D790-03 Standard Test Methods for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials
- [⁴³] www.labx.com/v2/adsearch/detail3.cfm?adnumb=413074 (maart 2012)
- [⁴⁴] S. VAN BIESEN, Evaluatie van schadefenomenen in vezelversterkte kunststoffen met behulp van elektronenmicroscopie, thesis universiteit Gent (2011)
- [⁴⁵] R. PETROV, Materiaalkundige micro-analyse en structuurbepaling, cursus universiteit Gent (2011)
- [⁴⁶] L. SAMUELS, Metallographic polishing by mechanical methods, 4^{de} editie, ASM international, Novelty Ohio (2003)
- [⁴⁷] E. CHANDLER & R. ROBERSON, Bioimaging : current concepts in light and electron microscopy, 1^{ste} editie, John and Bartlett Publishers, Sudbury (2009)
- [⁴⁸] www.purdue.edu/rem/rs/sem.htm (februari 2012)
- [⁴⁹] www.nanocenter.umd.edu/new_facilities/NispLab.php (februari 2012)
- [⁵⁰] www.britannica.com/EBchecked/media/110970/SEM (februari 2012)
- [⁵¹] A. KHURSHEED, Scanning electron microscope optics and spectrometers, World scientific Publishing Co. Pte. Ltd., Singapore (2011)
- [⁵²] www4.nau.edu/microanalysis/Microprobe/Course%20Overview.html (februari 2012)
- [⁵³] R. EGERTON, Physical principles of electron microscopy, 1^{ste} editie, Springer, New York (2005)
- [⁵⁴] http://facweb.cs.depaul.edu/sgrais/depth_of_field.htm (april 2012)
- [⁵⁵] <http://ncf.colorado.edu/instdocs/quickguides/SEM-ChargingEffects> (februari 2012)
- [⁵⁶] C. BALEY, Analysis of the flax fibre tensile behavior and analysis of the tensile stiffness increase, Composites Part A, Volume 33, Issue 7 (2002) 939-948
- [⁵⁷] www.hexion.com/Products/ShowTechnicalDataSheet.aspx?id=8246&Rev (april 2012)
- [⁵⁸] K. ALLAER, User's guide vacuum assisted resin transfer molding, universiteit Gent (2010)
- [⁵⁹] L. DRZAL & M. MADHUKAR, Fibre-matrix adhesion and its relationship to composite mechanical properties, Journal of material science, Volume 28, Issue 3 (1993) 569-610

Lijst van figuren

Figuur 1: Toepassingen van composieten	3
Figuur 2: Classificatie van vezels	5
Figuur 3: Cellulose	7
Figuur 4: Opbouw vlasstengel	7
Figuur 5: PAN (polyacrylonitril)	9
Figuur 6: Gestabiliseerd PAN.....	9
Figuur 7: Intermoleculair cross-linking.....	10
Figuur 8: Productie van koolstofvezels uit pek	10
Figuur 9: Vorming van epoxy	13
Figuur 10: Vernetting door amines	14
Figuur 11: Vernetting door anhydrides.....	14
Figuur 12: Autoclaaf	16
Figuur 13: Stapeling in autoclaaf voor vlasvezel-epoxy composieten	19
Figuur 14: Cyclus voor vlasvezel-epoxy composieten	19
Figuur 15: Stapeling in autoclaaf voor koolstofvezel-epoxy composieten	21
Figuur 16: Cyclus voor koolstofvezel-epoxy composieten	22
Figuur 17: Vlascarbon fiets van Museeuw bikes	23
Figuur 18: Ongedempt systeem	24
Figuur 19: Gedempt systeem	26
Figuur 20: Dampingssystemen	29
Figuur 21: Opstelling akoestische golf excitatie.....	30
Figuur 22: Verloop van de demping	31
Figuur 23: Torsiemode en buigmode	32
Figuur 24: Lagenstructuur van de vlasvezel	38
Figuur 25: Types breukoppervlakken	40
Figuur 26: Driepuntsbuigproef	41
Figuur 27: Polijstdoeken en polijstmachine	43
Figuur 28: Polijststappen.....	43
Figuur 29: Instron 5569	44
Figuur 30: Resultaat vlasvezel-epoxy composiet	45
Figuur 31: Resultaat koolstofvezel-epoxy composiet	46

Figuur 32: Werking lichtmicroscop	48
Figuur 33: Scanning electron microscope	49
Figuur 34: Opbouw SEM	50
Figuur 35: Scherptediepte in de fotografie	52
Figuur 36: Translaminair breukoppervlak	53
Figuur 37: Zijvlak vlasvezel-epoxy composiet na polijsten	54
Figuur 38: Zijvlak na translaminare breuk	55
Figuur 39: Translaminare breuk met SE	56
Figuur 40: Translaminare breuk met BSE	56
Figuur 41: Vergroting gebied A	57
Figuur 42: Vergroting gebied B	58
Figuur 43: Vergroting gebied C	58
Figuur 44: Toestel voor buigproef in de SEM	59
Figuur 45: Breuk op tijdstip 1	60
Figuur 46: Breuk op tijdstip 2	60
Figuur 47: Intralaminair breukoppervlak	61
Figuur 48: Intralaminair breukoppervlak	62
Figuur 49: Vergroting van gebied A	62
Figuur 50: Vergroting van gebied B	63
Figuur 51: Vergroting van gebied C	63
Figuur 52: Losse vlasvezel met sizing	64
Figuur 53: Translaminair breukoppervlak	65
Figuur 54: Zijvlak koolstofvezel-epoxy composiet na polijsten	66
Figuur 55: Zijvlak na translaminare breuk	66
Figuur 56: Vergroting van de scheur	67
Figuur 57: Translaminair breukoppervlak	68
Figuur 58: Vergroting van gebied A	68
Figuur 59: Vergroting van gebied C	69
Figuur 60: Vergroting van gebied D	69
Figuur 61: Vergroting van gebied E	70
Figuur 62: Vergroting van gebied B	70
Figuur 63: Intralaminair breukoppervlak	71
Figuur 64: Intralaminare breuk	72
Figuur 65: Secundaire elektronen	72
Figuur 66: Gemixte elektronen	73

Figuur 67: Vergroting van gebied B.....	73
Figuur 68: (a) Onbehandelde vezel (b) Behandelde vezels	74
Figuur 69: RTM-proces	77
Figuur 70: Plaatsen van het vezelweefsel	78
Figuur 71: Afsluiten van de mal.....	79
Figuur 72: Aansluiten buisjes	79
Figuur 73: Volledige opstelling	80
Figuur 74: Afklemmen van de tubes	80
Figuur 75: Resultaat voor epoxy met behandelde vlasvezels	86
Figuur 76: Resultaat voor epoxy met onbehandelde vlasvezels.....	86
Figuur 77: Translaminair breukoppervlak	89
Figuur 78: Gepolijst zijvlak (vlasvezels met sizing).....	90
Figuur 79: Translaminare breuk met de SEM.....	90
Figuur 80: Vergroting van gebied A.....	91
Figuur 81: Vergroting van gebied C.....	91
Figuur 82: Vergroting gebied B	92
Figuur 83: Vergroting gebied D	92
Figuur 84: Intralaminair breukoppervlak	93
Figuur 85: Intralaminair breukoppervlak met de SEM.....	93
Figuur 86: Vergroting van gebied A.....	94
Figuur 87: Vergroting van gebied B.....	94
Figuur 88: Translaminair breukoppervlak	95
Figuur 89: Zijvlak na polijsten (vlasvezels zonder sizing)	95
Figuur 90: Translaminare breuk met SEM.....	96
Figuur 91: Vergroting gebied A	96
Figuur 92: Vergroting van gebied B.....	97
Figuur 93: Vergroting van gebied C.....	97
Figuur 94: Intralaminair breukoppervlak	98
Figuur 95: Intralaminare breuk met SEM.....	98
Figuur 96: Vergroting van gebied A.....	99
Figuur 97: Vergroting van gebied B.....	99

Lijst van tabellen

Tabel 1: Demping van de vlasvezel-epoxyplaat bij 41,5 Hz.....	34
Tabel 2: Demping van de vlasvezel-epoxyplaat bij 48 Hz.....	34
Tabel 3: Demping van de koolstofvezel-epoxyplaat bij 53,9 Hz.....	35
Tabel 4: Demping van de koolstofvezel-epoxyplaat bij 141,8 Hz.....	36
Tabel 5: Overzicht resultaten	36
Tabel 6: Buigspanning en elasticiteitsmodulus	47
Tabel 7: Demping van de vlasvezel-epoxyplaat met sizing bij 39 Hz	82
Tabel 8: Demping van de vlasvezel-epoxyplaat met sizing bij 66,3 Hz	82
Tabel 9: Demping van de vlasvezel-epoxyplaat zonder sizing bij 37,5 Hz.....	83
Tabel 10: Demping van de vlasvezel-epoxyplaat zonder sizing bij 62 Hz.....	83
Tabel 11: Buigspanning en elasticiteitsmodulus	87