

Optimalisatie van een industriële case study in glasvezelversterkte compound via numerieke simulaties.

Yannick VAN HAVER

Promotoren: Frederik Desplentere
Hilde Bonte

Masterproef ingediend tot het behalen van
de graad van master of Science in de
industriële wetenschappen:
kunststofverwerking

Co-promotoren:

Mededeling:

Deze eindverhandeling was een examen. De tijdens de verdediging geformuleerde opmerkingen werden niet gecorrigeerd.

Gebruik als referentie in publicaties is toegelaten na gunstig advies van een van de Kulab-promotoren, vermeld op het titelblad.”

Woord vooraf

Langs deze weg had ik graag een woord van dank gericht aan iedereen die mij de afgelopen maanden geholpen heeft bij het tot stand brengen van deze masterproef.

Allereerst dank ik mijn buitenpromotor dr. ir. Frederik Desplentere voor de aangeboden faciliteiten, voor de hulp en uitleg bij het verwezenlijken van deze masterproef.

Mijn binnenpromotor ir. Hilde Bonte wil ik bedanken voor de ondersteuning van deze masterproef.

In het bijzonder dank ik ing. Karen Soete en ing. Lieselot Vandenweghe voor het bijstaan met raad en daad gedurende de gehele periode van deze masterproef.

Alle docenten van de afdeling industriële wetenschappen kunststofverwerking aan de Kulab (Katholieke Universiteit Leuven Campus Brugge) wil ik bedanken voor hun boeiende en aangename lessen.

Tenslotte zou ik graag mijn ouders en broer danken voor hun steun en tips bij de realisatie van deze masterproef.

Oostende, mei 2014

Yannick Van Haver

Abstract

Deze masterproef kadert in het FlaxHemPlast-project en heeft als doel om de eigenschappen van een nieuw materiaal te bepalen en daarmee simulaties te kunnen uitvoeren voor nieuwe of onbestaande producten.

Allereerst wordt de vlascompound aangemaakt waaruit trekstaven, proefbakjes en vierkante plaatjes worden spuitgegoten met gekende parameters. Deze trekstaven, proefbakjes en vierkante plaatjes worden ook aangemaakt met de matrix van de compound en zullen fungeren als referentie.

Vervolgens worden dan trekproeven, buigproeven en torsieproeven uitgevoerd op het niet vezelgevulde PP (polypropeen). De overeenkomende simulatieparameters worden dan als input voor de simulatie (Autodesk Simulation Moldflow Insight 2014 of ASMI 2014) van de compound proefstaven gebruikt. Op die manier kunnen de eigenschappen van de vlascompound via reverse engineering bepaald worden.

Enmaal deze eigenschappen gekend zijn wordt een simulatie uitgevoerd op een nieuw product, namelijk een pallet. Hierbij wordt een softwarematige ondersteuning en een experimentele verificatie van de mechanische performantie van een vezelversterkte pallet voor de casestudie van Schoeller Allibert uitgevoerd. Hierbij kan een materiaalbesparing van 20% gerealiseerd worden.

Men mag besluiten dat de gegevens in de simulatie vanaf heden kunnen gebruikt worden voor een nieuw (onbestaand) product zonder dat er dan enige fysieke proeven aan te pas komen.

Inhoudsopgave

Woord vooraf	
Abstract.....	6
Inhoudsopgave.....	7
Lijst met illustraties	10
Lijst met tabellen	13
Alfabetische lijst van gebruikte symbolen en afkortingen	15
1 Inleiding	16
1.1 Onderzoeksvraag	16
1.2 Methodiek.....	19
1.3 Bedrijfsvoorstelling Kulab	20
2 Composieten.....	22
2.1 Vezels.....	24
2.1.1 Natuurlijke vezels.....	24
2.1.1.1 Composieten met plantaardige vezels	25
2.1.1.2 Beperkingen van natuurlijk vezelversterkte composieten.....	26
2.1.1.3 Eigenschappen van natuurlijke, plantaardige vezels.....	26
2.1.2 Bastvezels.....	28
a) Acetylering	30
b) Hydrothermische behandeling.....	30
c) Toevoeging van een bindmiddel	31
2.1.3 Vlasvezels.....	31
2.1.3.1 Productieproces	33
2.1.3.2 Structuur	34
2.2 Matrix	37
2.2.1 Algemeen	37
2.2.2 Polypropyleen (polypropeen of PP)	38
2.3 Sizing.....	39
2.3.1 Algemeen	39
2.3.2 Maleic-anhydride grafted PP (MAPP of PP-g-MA)	39
3 Aanmaak van de vlascompound.....	42
3.1 Vezelvolumefractie	42
3.2 Het drogen van het vlas	42
3.3 Compounderen	43
3.3.1 Proces	44
3.3.2 20wt.-% vlasvezels.....	50
3.3.3 20wt.-% vlasvezels in methyleenblauw (MB) gedrenkt	51
3.3.4 20wt.-% vlasvezels in water gedrenkt.....	51
3.4 Bepalen van het vochtgehalte.....	52
3.4.1 Drogen.....	53
3.4.2 Vochtabsorptie	55
4 Spuitgieten van de vlascompound.....	56
4.1 Het spuitgietproces	56
4.1.1 Opstelling	56
4.1.2 Het krimpgedrag van vezelgevulde materialen.....	59
4.2 Trekstaven	60
4.2.1 Parameters bij het spuitgieten van een trekstaaf	60

4.2.2	Sensoren	61
4.2.3	MB gekleurde vezels	63
4.3	Vierkante plaatjes	64
4.4	Proefbakje	65
4.4.1	Parameters bij het spuitgieten van een proefbakje	65
4.4.2	Sensoren	66
5	Mechanische performantie van de compound	69
5.1	Trekproef	70
5.2	Driepuntsbuigproef	81
5.2.1	Trekstaven	83
5.2.2	Vierkante plaatjes	85
5.3	Buigproef	89
5.3.1	Vierkante plaatjes	89
5.3.2	Proefbakje	96
5.4	Torsieproef	98
6	Materiaalparameters	101
6.1	Vlasvezel	101
6.2	Compound	105
6.3	Belangrijke opties in Moldflow	107
7	Simulatie met ASMI 2014	108
7.1	Spuitgietsimulatie	109
7.1.1	Trekstaven	109
7.1.2	Vierkante plaatjes	112
7.1.2.1	Virgin PP	112
7.1.2.2	Composiet	113
7.1.3	Proefbakje	117
7.2	Technische eigenschappen	120
7.2.1	Trekproef	121
7.2.2	Torsieproef	124
7.2.3	Driepuntsbuigproef	128
7.2.3.1	Trekstaven	128
7.2.3.2	Vierkante plaatjes	129
7.2.4	Buigproef	131
7.2.4.1	Proefbakje	131
7.2.4.2	Vierkante plaatjes	132
8	Case study Schoeller Allibert	135
8.1	Softwarematige ondersteuning	136
8.2	Mechanische performantie van de pallet	140
8.2.1	Puntbelasting	140
8.2.2	Kromming	142
8.2.3	Optimalisatie van de vezelversterkte pallet	144
8.2.3.1	Aanpassing van de diktes van de ribben en van de bovenplaat	144
8.2.3.2	Aanpassing van het ontwerp en de hoofdafmetingen	145
9	Recyclage van vlasvezelversterkte kunststoffen	147
10	Kosten-batenanalyse	148
11	Besluit	151
12	Bijlagen	152
12.1	Bijlage 1: Datasheet Daplen EE050AE Borealis AG	152

12.2	Bijlage 2: Spuitgietsparameters trekstaven.....	153
12.3	Bijlage 3: Spuitgietsparameters plaatjes zonder vlasvezels.....	154
12.4	Bijlage 4: Spuitgietsparameters plaatjes met vlasvezels.....	155
12.5	Bijlage 5: Spuitgietsparameters proefbakje	156
12.6	Bijlage 6: Soortelijke warmte van vlas	157
12.7	Bijlage 7: Experimenteel bepaalde vezellengte	158
12.8	Bijlage 8: Datasheet Sabic PP PHC 27	159
12.9	Bijlage 9: Spuitgietsparameters pallet	160
13	Bibliografie.....	161

Lijst met illustraties

Figuur 1: Organigram Masterproef	17
Figuur 2: ProPolis	18
Figuur 3: KHBO	20
Figuur 4: Kulab	21
Figuur 5: Samenstellende delen van een composiet	22
Figuur 6: Continue en discontinue vezelversterking	23
Figuur 7: Schematische voorstelling van de cellulaire structuur van de vezel van een plant. .	27
Figuur 8: De vlasvezel van stengel tot microfibril	32
Figuur 9: Schematische voorstelling van de doorsnede van een elementaire vezel	32
Figuur 10: Cellulose	34
Figuur 11: Hemicellulose	35
Figuur 12: Lignine	36
Figuur 13: Polymerisatiereactie van PP	38
Figuur 14: Chemische structuur van MAPP	39
Figuur 15: Reactiemechanisme van maleïnezuuranhydride, PP en de cellulosevezels	40
Figuur 16: De Venticell oven	42
Figuur 17: Leistritz ZSE 18 MAXX en componenten	44
Figuur 18: Mogelijke stromingen in een hopper	45
Figuur 19: Compounderschroef	47
Figuur 20: Koelbad met geleidingen	48
Figuur 21: Mes bestaande uit feed roll en rotor	49
Figuur 22: Geproduceerde pellets met toenemende vlasvezelvolumefractie	50
Figuur 23: Granulaten met MB gekleurde vezels	51
Figuur 24: HX204 Moisture Analyzer	52
Figuur 25: Vochtgehalte van geroot vlas en pellets	53
Figuur 26: Vochtgehalte van het gekleurde vlas	54
Figuur 27: Vochtabsorptie van geroot vlas	55
Figuur 28: ARBURG Thermolift	56
Figuur 29: Principe circulatielucht	56
Figuur 30: Smitgietcilinder	57
Figuur 31: ARBURG Allrounder en componenten	58
Figuur 32: Invloed van de vezels op de krimp van kunststoffen	59
Figuur 33: Bepaling van het omschakelpunt en de nadruk	60
Figuur 34: Druk- en temperatuursensoren in de trekstaafmatrijs	61
Figuur 35: Drukverloop opgemeten met sensor in de matrijs voor de virgin compound	62
Figuur 36: Temperatuurverloop opgemeten met sensoren in de matrijs voor de virgin compound	63
Figuur 37: Vlasvezelversterkt plaatje	64
Figuur 38: Bepaling van het omschakelpunt en de nadruk	65
Figuur 39: Druk- en temperatuursensoren in de bakjesmatrijs	66
Figuur 40: Drukverloop opgemeten met sensor in de matrijs	67
Figuur 41: Temperatuurverloop opgemeten met sensoren in de matrijs	68
Figuur 42: Opstelling van de trekproef	70
Figuur 43: Schematische weergave van een spanning-rekdiagram	71
Figuur 44: Materiaaleigenschappen gekoppeld aan een spanning-rekdiagram	72
Figuur 45: Spanning-rekdiagram voor 4 types polymeren	73

Figuur 46: Spanning-rekdiagram van de PP/vlasvezel kern (A) en huid (B) en overeenkomende scans	74
Figuur 47: SEM opname van een PP/vlasvezel trekstaaf onder belasting	75
Figuur 48: Breukmechanismen bij PP/vlasvezel	76
Figuur 49: Boxplot modulus (Secant 0,2%)	77
Figuur 50: Boxplot maximum tensile stress	78
Figuur 51: Boxplot tensile extension at break	78
Figuur 52: Breukoppervlak van de trekstaaf	79
Figuur 53: Opstelling van de driepuntsbuigproef trekstaaf	81
Figuur 54: Boxplot statische buigmodulus trekstaven	83
Figuur 55: Opstelling van de driepuntsbuigproef plaatje	85
Figuur 56: Boxplot statische buigmodulus vierkante plaatjes	86
Figuur 57: Verschil tussen dwars en volgens de vloerichting	87
Figuur 58: Verklaring dwars en volgens de vloerichting	87
Figuur 59: Opstelling van de buigproef	89
Figuur 60: Plaatje 150x150x1	90
Figuur 61: Plaatje 150x150x2	90
Figuur 62: Principe van fonteinstroming	90
Figuur 63: Buigproef plaatje met de inklemming op het uiteinde	91
Figuur 64: Buigproef plaatje met de inklemming op de helft	91
Figuur 65: Buigproef plaatje met de inklemming op een vierde	92
Figuur 66: Plaatje verdeeld in kwadranten	93
Figuur 67: Uitschieterplot van E_1 en E_3	94
Figuur 68: Uitschieterplot van E_2 en E_4	95
Figuur 69: Opstelling van de buigproef op het proefbakje	96
Figuur 70: Boxplot doorbuiging (mm) op het proefbakje bij een belasting van 1N	97
Figuur 71: Opstelling van de torsieproef	98
Figuur 72: Boxplot indrukking meetklokje	99
Figuur 73: Wiskundige voorstelling torsieproef	99
Figuur 74: DSC-opstelling	101
Figuur 75: Eerste (onderbroken lijn) en tweede (volle lijn) opwarming van de vlasvezels ...	102
Figuur 76: Soortelijke warmte van vlas	103
Figuur 77: Extractie van de vlasvezels	106
Figuur 78: Vulsimulatie van de trekstaaf	110
Figuur 79: Vezeloriëntatie aan de rand en in de kern	110
Figuur 80: Microscopische analyse van de huid (A) en de kern (B) van een PP/vlas staal (1mm)	111
Figuur 81: Fiber orientation tensor vlasvezelversterkte plaat (150x150x1)	114
Figuur 82: Fiber orientation tensorverloop doorheen de dikte (150x150x1)	114
Figuur 83: Fiber orientation tensor vlasvezelversterkte plaat (150x150x2)	115
Figuur 84: Fiber orientation tensorverloop doorheen de dikte (150x150x2)	115
Figuur 85: Vulsimulatie van het vierkante plaatje (150x150x2)	116
Figuur 86: Fiber orientation tensor van het proefbakje	118
Figuur 87: Fiber orientation tensorverloop doorheen de dikte	118
Figuur 88: Vulsimulatie van het proefbakje	119
Figuur 89: Fan gate (links) en film gate (rechts)	120
Figuur 90: Simulatie van de trekproef	121
Figuur 91: Debondingcoëfficiënt ifv E trekproef	122

Figuur 92: Wiskundige opstelling torsieproef	124
Figuur 93: Kracht uitgeoefent op de trekstaaf (vooraanzicht).....	126
Figuur 94: Torsieproef op een trekstaaf in Moldflow	126
Figuur 95: Simulatie van de driepuntsbuigproef op een trekstaaf.....	128
Figuur 96: Simulatie van de driepuntsbuigproef op een plaatje (150x150x2)	129
Figuur 97: Puntbelasting op een proefbakje	131
Figuur 98: Buigproef plaatje (150x150x2) met de inklemming op het uiteinde	132
Figuur 99: Buigproef plaatje (150x150x2) met de inklemming op de helft.....	133
Figuur 100: Buigproef plaatje (150x150x2) met de inklemming op een vierde	133
Figuur 101: Simulatie van de buigproef op een plaatje (150x150x2)	134
Figuur 102: De pallet.....	135
Figuur 103: Pallet ingeladen in NX.....	136
Figuur 104: Afmetingen pallet en plaats aanspuiting	137
Figuur 105: Vulsimulatie van de pallet	139
Figuur 106: Opstelling belastingsproef pallet	140
Figuur 107: Aanduiding van de belastingspunten op de pallet	141
Figuur 108: Kromming van de pallet in z-richting.....	143
Figuur 109: Rand rondom de pallet halveren in dikte en de ribben afschuinen	145
Figuur 110: Export pallet.....	145
Figuur 111: De asymmetrische pallet	146
Figuur 112: Levenscyclusanalyse van een product	147
Figuur 113: Fluke 1735 Power Logger Analyst	149

Lijst met tabellen

Tabel 1: Mechanische eigenschappen van natuurlijke vezels in vergelijking met die van glasvezels.....	28
Tabel 2: Chemische samenstelling van vlasvezels	34
Tabel 3: Treksterkte eigenschappen van vlasvezel/PP en glasvezel/PP composieten met telkens 30wt.-% vezels	41
Tabel 4: Buigeigenschappen van vlasvezel/PP en glasvezel/PP composieten met telkens 30wt.-% vezels	41
Tabel 5: Temperatuurprofiel van de schroef	46
Tabel 6: Vergelijking fracties voor en na compouderen	49
Tabel 7: Meltpressure tijdens compouderen.....	50
Tabel 8: Meltpressure tijdens compouderen met MB gekleurde vlasvezels	51
Tabel 9: Parameters bij reeksmetingen van trekstaven	62
Tabel 10: Parameters bij reeksmetingen van proefbakjes	67
Tabel 11: Modulus (Secant 0,2 %), maximum tensile stress en tensile extension at break	80
Tabel 12: Statische buigmodulus trekstaven	84
Tabel 13: Statische buigmodulus vierkante plaatjes.....	88
Tabel 14: Statische buigmodulus composiet	88
Tabel 15: Resultaten buigproef.....	93
Tabel 16: Resultaten buigproef vierkant plaatje.....	95
Tabel 17: Verdraaiingsafstand van de trekstaaf	100
Tabel 18: Simulatieparameters trekstaven.....	109
Tabel 19: Controle simulatieparameters trekstaven	110
Tabel 20: Simulatieparameters virgin plaatje.....	112
Tabel 21: Controle simulatieparameters virgin plaatje.....	112
Tabel 22: Simulatieparameters composiet plaatje	113
Tabel 23: Controle simulatieparameters composiet plaatje.....	113
Tabel 24: Simulatieparameters composiet proefbakje	117
Tabel 25: Controle simulatieparameters composiet proefbakje	117
Tabel 26: Resultaat simulatie trekproef trekstaven	123
Tabel 27: Verdraaiingsafstand van de trekstaaf (simulatie)	127
Tabel 28: Resultaat simulatie driepuntsbuigproef trekstaven.....	128
Tabel 29: Resultaat simulatie driepuntsbuigproef vierkante plaatjes (150x150x2)	130
Tabel 30: Resultaat simulatie buigproef proefbakje.....	131
Tabel 31: Resultaten buigproef plaatje (150x150x2) met de inklemming op het uiteinde	132
Tabel 32: Buigproef plaatje (150x150x2) met de inklemming op de helft	133
Tabel 33: Buigproef plaatje (150x150x2) met de inklemming op een vierde.....	133
Tabel 34: Simulatieparameters pallet	137
Tabel 35: Controle simulatieparameters pallet.....	138
Tabel 36: Resultaten doorbuiging pallet.....	141
Tabel 37: Warpage van de virgin en composiet pallet	142
Tabel 38: Reductie van de dikte van de bovenlaag van de pallet.....	142
Tabel 39: Reductie van de dikte van de ribben van de pallet	143
Tabel 40: Asymmetrische koeling	143
Tabel 41: 100N op virgin pallet.....	144

Tabel 42: Resultaten aanpassen dikte ribben en bovenvlak	144
Tabel 43: Kostprijs proefbakjes (virgin en vlasvezelversterkt).....	150
Tabel 44: Parameters voor de vlasvezels en de compound	151

Alfabetische lijst van gebruikte symbolen en afkortingen

ASMI	Autodesk Simulation Moldflow Insight
bv.	bijvoorbeeld
d.w.z.	dat wil zeggen
DBC	Debondingcoëfficiënt
FPC-VKC	Flanders Plastic Vision – Vlaams Kunststof Centrum
IR	Infrarood
IW&T	Industriële Wetenschappen en Technologie
KOH	Kaliumhydroxide
KHBO	Katholieke Hogeschool Brugge-Oostende
KU Leuven	Katholieke Universiteit Leuven
Kulab	Katholieke Universiteit Leuven Campus Brugge
PA	Procentuele Afwijking
SEM	Scanning Electron Microscope
MAPP	Maleic-anhydride grafted PP of PP-g-MA of MAH-PP
MB	Methyleenblauw
MFI	Melt Flow Index
o.a.	onder andere
PP	Polypropeen of polypropyleen
RPM	Rotations Per Minute

1 Inleiding

1.1 Onderzoeksvraag

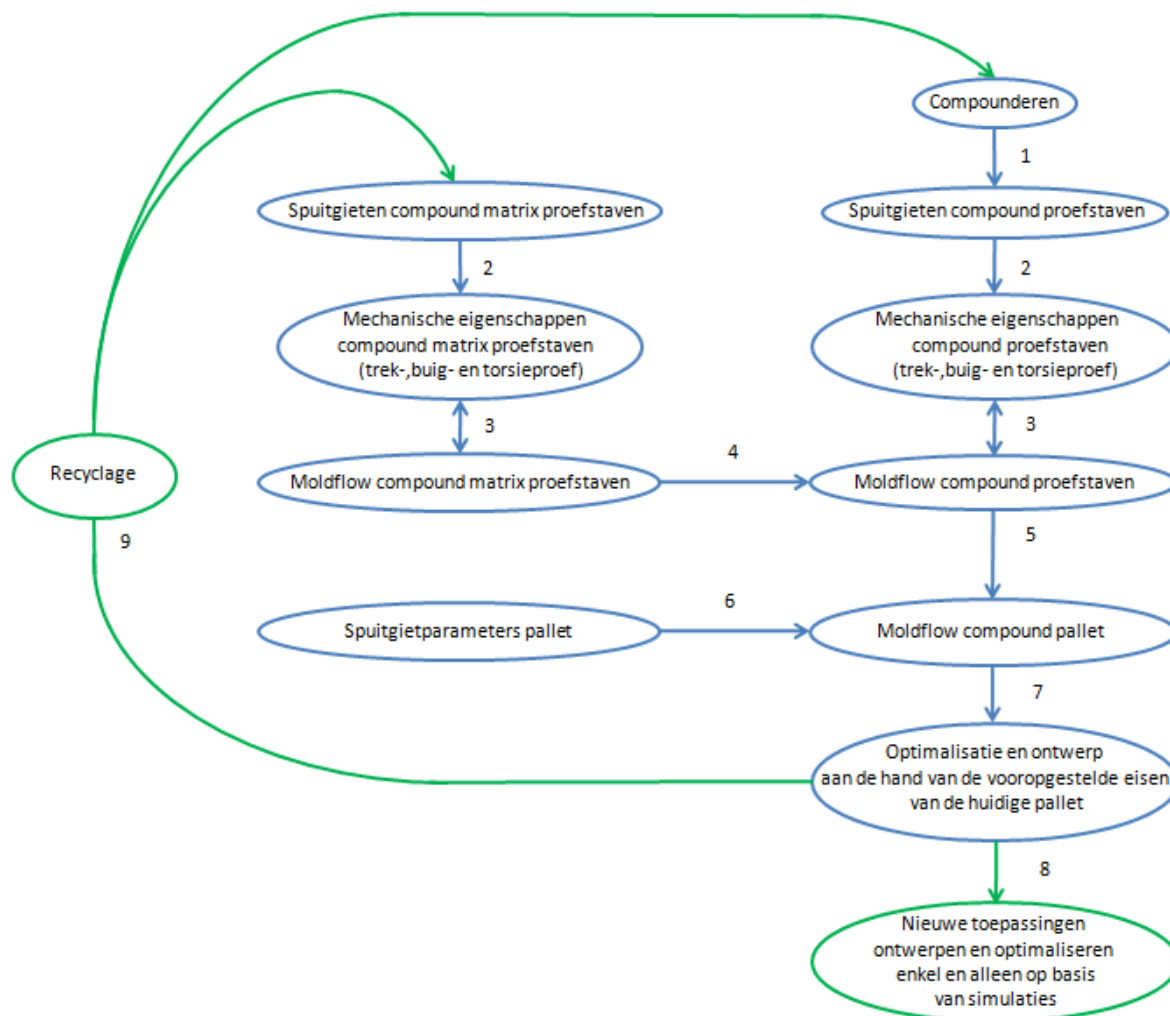
Composieten bestaan al zeer lang, reeds bij de Egyptenaren waren deze aanwezig. Er zijn namelijk composietbogen in het graf van Toetanchamon gevonden bestaande uit op elkaar gelijmde dierlijke pezen en houtlagen. Onze voorouders gebruikten het om hun hutten te bouwen. Het vlechtwerk van takken zorgde voor de stijfheid en de leem voor de wind- en regenafscherming. Ook de Belg Leo Baekeland die het bakeliet introduceerde mag hier niet ontbreken. Hij wordt aanzien als de feitelijke grondlegger van de vezelversterkte kunststoffen. Later werden steeds meer toepassingen gevonden voor het gebruik van composieten. Onder meer de Tweede Wereldoorlog heeft een grote rol gespeeld met de productie van de eerste componenten uit glasvezelversterkte onverzadigde polyester voor vliegtuigen, boten en wagens en de eerste sandwichcomponenten voor vliegtuigen.

Composieten hebben ondanks hun zeer gunstige eigenschappen een klein toepassingsgebied. Dit is te wijten aan de weinig geautomatiseerde productieprocessen wat de kostprijs doet toenemen en het feit dat de constructeurs de mogelijkheden van composieten te weinig kennen.

De verbruikers van de composieten kunnen we indelen in twee groepen. Een eerste groep is de traditionele glasvezel-polyester industrie die laagbelaste en goedkope vormdelen zoals badkuipen en vijvers produceren. Een tweede groep is de high-tech industrie waartoe onder meer de aerospace-industrie en de topsport behoren die composieten gebruiken voor gewichtsbesparing. Meer en meer worden composieten ingezet in de industrie, denk maar aan de automobiellindustrie die composieten kan gebruiken om mechanisch en thermisch belaste onderdelen te vervangen. Dit toont aan hoe belangrijk de aanwezigheid van composieten in onze huidige maatschappij wel is.

Vandaag de dag wordt onderzoek gevoerd naar het gebruik van natuurlijke vezels en het gebruik van thermoplasten als matrix voor hoogvolume doeleinden. Het is de bedoeling dat deze masterproef hiertoe een bijdrage kan leveren.

Het doel van deze masterproef is om de eigenschappen van een nieuw materiaal te bepalen en daarmee simulaties te kunnen uitvoeren op nieuwe of onbestaande producten. De manier waarop deze casus wordt aangepakt, wordt aangetoond in onderstaand organigram (Figuur 1).



Figuur 1: Organigram Masterproef

In eerste instantie wordt het vlasvezelversterkte materiaal gecompoundeerd (1) waarbij de verwerkingsparameters worden gebruikt zoals afgesproken in het FlaxHemPlast-project. In een tweede stap wordt de matrix van de compound (het virgin materiaal, d.w.z. PP zonder vezels) en de compound spuitgegoten. Hierbij worden opnieuw de verwerkingsparameters gebruikt zoals afgesproken in het FlaxHemPlast-project. Dan worden de matrix van de compound en de compound proefstaven (trekstaven, vierkante plaatjes en proefbakjes) onderworpen aan een trek-, buig- en torsieproef (2) en worden de materiaalparameters in Moldflow aangepast op basis van de uitgevoerde proeven (3). Aangezien de eigenschappen van de matrix van de compound goed gekend zijn worden de simulatieparameters als input voor de simulatie van de compound proefstaven gebruikt (4). Zo kan men controleren of de

gesimuleerde resultaten wel degelijk corresponderen met de realiteit. Vervolgens wordt een simulatie uitgevoerd op een nieuw product, namelijk een pallet. De simulatie wordt mogelijk met de zopas verworven parameters (5) in combinatie met de spuitgietparameters (6), die een rol spelen bij de vloeit van de compound.

De simulatie laat toe de spanningsconcentraties in het product op te lichten. Met deze informatie is men in staat het design aan te passen (7). Hierbij is het de bedoeling om suggesties te geven zodat de pallet uit de vlasvezelversterkte kunststof even sterk en stijf is als de pallet uit de matrix van de compound maar toch minder materiaal vereist.

Als voorgaande stappen zonder problemen worden doorlopen, mag besloten worden dat de gegevens in de simulatie vanaf heden kunnen gebruikt worden voor een nieuw (onbestaand) product (8) zonder dat er dan enige fysieke proeven aan te pas komen. In een laatste stap wordt de recyclage van de compound (9) bekeken.

Deze masterproef kadert in het FlaxHemPlast project onder leiding van dr. ir. Frederik Desplentere. Dit is een tweejarig project binnen het CORNET of Collective Research Network en werd gestart in mei 2012. De uitvoering ervan gebeurt door hogescholen en kennis/onderzoekscentra in Vlaanderen, Wallonië en Duitsland. Het bestudeert vlasvezelversterkte compounds in spuitgiettoepassingen. In het voorjaar van 2011 werd reeds een kleine studie uitgevoerd die reeds het potentieel aantoonde van de specifieke stijfheid en de dempingseigenschappen van de compounds.

Het onderzoek gebeurt binnen de ProPolis (Processing Polymers & Lightweight Structures, Figuur 2) onderzoeksgroep aan de Kulab-campus. Deze heeft 4 laboratoria ter beschikking: numerieke simulaties, materialen en karakterisatie, kunststof processing technieken en een labo om testen uit te voeren voor specifieke toepassingen. Deze masterproef werd uitgevoerd in opdracht van de Kulab aan het Departement IW&T (Industriële Wetenschappen en Technologie). [1] [2] [3]



Figuur 2: ProPolis [4]

1.2 Methodiek

Voor het verwerven van de nodige informatie werden er verschillende wegen gevolgd. Eerst werd in de bibliotheek gezocht naar relevante naslagwerken over vlasvezels. Dit om de nodige basiskennis op te doen. Dit leverde 3 boeken op waarvan er 2 weerhouden werden. De overige werken werden niet gebruikt omdat ze het onderwerp te oppervlakkig of te beperkt behandelden.

Daarnaast werden relevante artikels gezocht in de aanwezige tijdschriften in de bibliotheek (fysiek aanwezig en e-tijdschriften), in de Open Journals via 'Directory Open Access Journals' en de aangeboden databanken via de online Limo catalogus.

De tijdschriften werden geselecteerd op de aanwezigheid van vlasvezels en flax fibre in de titel van het tijdschrift. Dit leverde 5 tijdschriften op. De gebruikte trefwoorden voor het opzoeken van artikels in de geselecteerde tijdschriften waren flax PP compounding properties, compounding flax, flax fibre, flax, flax PP, flax PP injection moulding. Als filter werd enkel in het veld 'fibres' gezocht, de artikels mochten maximaal 10 jaar oud zijn en het volledig artikel moest beschikbaar zijn en niet enkel het abstract. De trefwoorden werden afzonderlijk en gecombineerd met de 'AND' operator gebruikt bij. Ook werd gebruik gemaakt van truncate technieken om variaties op de trefwoorden te gebruiken. Dit leverde 18 artikels. Daarvan werden er 8 weerhouden op basis van de relevantie van de titel.

De overblijvende artikels werden beoordeeld op basis van het abstract. Van 6 artikels werd de volledige tekst doorgenomen. Het eindresultaat leverde 4 bruikbare artikels op.

Voor het zoeken van artikels werd via de online Limo-catalogus gebruik gemaakt van de '<Mechanical engineering' en 'Technology'> databanken. Dezelfde strategie als bij de tijdschriften werd gevolgd.

1.3 **Bedrijfsvoorstelling Kulab**

Het decreet van 13 juli 1994 bepaalde dat de bestaande hogescholen in de Vlaamse Gemeenschap zich moesten verenigen in grotere multidisciplinaire entiteiten. Zo besloten vijf katholieke hogescholen uit Noord-West-Vlaanderen in 1995 zich te verenigen in de Katholieke Hogeschool Brugge-Oostende (Figuur 3):

- Hoger Technisch Instituut (Brugge)
- Hoger Technisch Instituut (Oostende)
- Katholieke Industriële Hogeschool West-Vlaanderen (Oostende en Kortrijk)
- Sint-Andreasnormaalschool (Brugge)
- Sint-Jansinstituut voor Verpleegkunde (Brugge)

De KHBO vormde samen met 11 andere Vlaamse scholen de Associatie Katholieke Universiteit Leuven (KU Leuven) en werd opgedeeld in vier departementen:

- Handelswetenschappen en Bedrijfskunde (campus Sint-Michiel Brugge)
- Gezondheidszorg (campus Sint-Michiel Brugge)
- Lerarenopleiding (campus Sint-Andreas Brugge)
- Industriële wetenschappen en Technologie (campus Oostende)

Sinds september 2007 zijn de luchtvaartopleidingen, die tevens uniek zijn voor Vlaanderen, ondergebracht in het Vlaams Luchtvaartcentrum op de internationale luchthaven Oostende-Brugge. Vanaf het academiejaar 2008-2009 werden de Brugse departementen ondergebracht in de nieuwe Campus Brugge.



Figuur 3: KHBO [5]

In 2013 werden de opleidingen Industriële Ingenieurswetenschappen en Kinesitherapie & Revalidatiewetenschappen geïntegreerd in de KU Leuven, respectievelijk in de Faculteit Industriële Ingenieurswetenschappen en de Faculteit Bewegings- en revalidatiewetenschappen. Deze opleidingen worden echter nog steeds aangeboden op de campus van Brugge en Oostende. Deze laatste vormen samen de nieuwe West-Vlaamse campus van de KU Leuven. De campus staat vanaf september 2013 bekend als de Kulab-campus wat verwijst naar de ‘labo’ omgeving en staat voor Katholieke Universiteit Leuven Campus Brugge (Figuur 4). [5] [6]

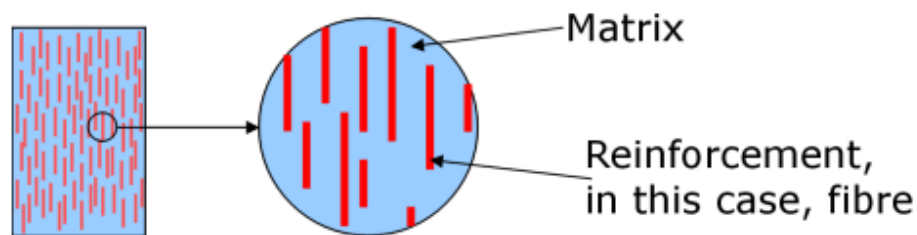


Figuur 4: Kulab [5]

2 Composieten

Een composiet is een heterogeen materiaal dat opgebouwd is uit twee of meer componenten die duidelijk van elkaar te onderscheiden zijn. De samenstellende delen van een composiet (Figuur 5) bestaan enerzijds uit de matrix, die zorgt voor de inbedding van de vezels in een vaste structuur, en anderzijds uit de vezel, die zorgt voor de sterkte en de stijfheid. Hierdoor zijn de eigenschappen afhankelijk van de positie binnen het lichaam. Tevens heeft een verschillend vezelvolumepercentage een enorme impact op de mechanische eigenschappen, ook al blijft het stuk hetzelfde.

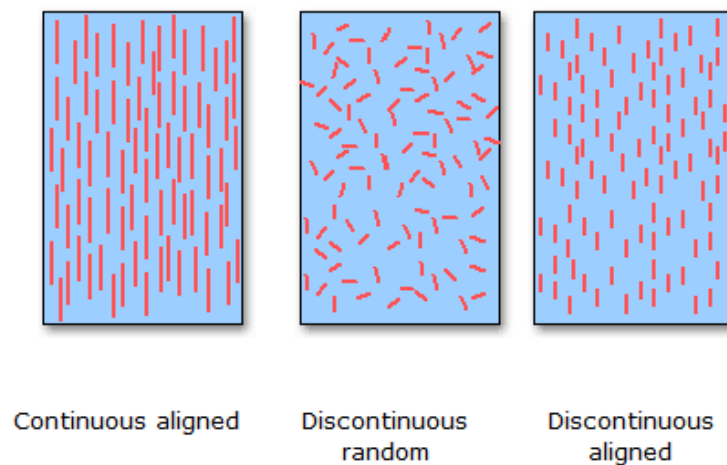
Composieten worden gebruikt omdat het de voordelen van zowel de vezel als de matrix combineert. Andere elementen die het succes van composieten verklaren zijn: de hoge ratio stijfheid/gewicht, de corrosiebestendigheid, het eenvoudig vervaardigen van complexe vormen, chemische resistentie, ... De meest gebruikte harsen zijn: polyester, epoxy en vinylester. De meest courant gebruikte vezels zijn: glas-, koolstof- en aramidevezel.



Figuur 5: Samenstellende delen van een composiet [7]

Bij composieten wordt een onderscheid gemaakt tussen enerzijds deeltjesversterkte (particle strengthened) en anderzijds vezelversterkte composieten. Bij de deeltjesversterkte composieten zorgen de deeltjes voor de versterking. Deze partikels hebben afmetingen kleiner dan $50\mu\text{m}$ waarbij er (behalve dan bij plaatjes) geen enkele afmeting (bol, kubus, viervlak of daarop gelijkend) overheerst. Hierdoor zijn deze deeltjesversterkte materialen meestal isotroop (de eigenschappen zijn richtingsonafhankelijk). Als de deeltjes echter de vorm van plaatjes aannemen, kan er anisotropie (de eigenschappen zijn niet in elke richting gelijk) optreden. Hierbij verhinderen de deeltjes de beweging van de dislocaties in de matrix en neemt deze laatste de last op. Bij de vezelversterkte composieten nemen de vezels de mechanische belasting op en zorgt de matrix voor de onderlinge verdeling en overdracht van de kracht tussen de vezels.

De vezelversterkte composieten worden onderverdeeld in continue, lange vezels, of discontinue, korte vezels, vezelversterking (Figuur 6). De term 'vezel' is een benaming voor een constructie-element dat kleine afmetingen heeft in de dwarsdoorsnede (ongeveer $10\mu\text{m}$), zijn in verhouding daartoe veel grotere lengte en de grote flexibiliteit. Wanneer de vezels naast elkaar liggen hebben ze hun maximale sterkte in de richting van de vezels. Het composiet is dan veel zwakker in de andere richtingen en is daarom anisotroop. Als deze anisotropie niet gewenst is, worden de vezels in alle richtingen willekeurig georiënteerd. Dit gaat echter ten koste van de kracht. Composieten die hun vezels in een bepaalde richting hebben opgelijnd worden gemaakt door gebruik te maken van continue of discontinue vezels. Composieten met willekeurig georiënteerde vezels worden gemaakt met discontinue vezels. Bij korte vezels wordt isotroop gedrag verondersteld. [1] [3] [7] [8]



Figuur 6: Continue en discontinue vezelversterking [7]

2.1 **Vezels**

2.1.1 **Natuurlijke vezels**

De interesse om kunststof met natuurlijke vezels te versterken is drastisch toegenomen de laatste jaren. Dit zowel op industrieel vlak als in het fundamenteel onderzoek. In natuurlijk vezelversterkte composietmaterialen worden natuurlijke vezels gebruikt als versterkingselementen. Deze vezels zoals vlas, hennep en jute zijn hernieuwbare en duurzame vervangers voor glasvezel als versterking in thermoplasten en thermoharders.

Door een toenemend belang van het milieu is er een groeiende interesse om anorganische vulstoffen zoals (talk of kalk) en versterkende materialen (glasvezels) te vervangen met hernieuwbare organische materialen zoals plantaardige vezels en houtmeel. In het verleden heeft het succes van nieuwe synthetische materialen de ontwikkeling van natuurlijke materialen stopgezet. Vandaag beschikt men echter over de moderne wetenschappelijke middelen, technologie en kennis die opnieuw de drang naar nieuwe ontwikkelingen doet oplaaien.

Natuurlijke vezels hebben tal van voordelen in vergelijking met de door de mens gemaakte vezels (bv. glasvezel) zoals:

- Lage dichtheid
- Volledig of gedeeltelijk recycleerbaar
- Biodegradeerbaar
- Lage productiekost
- Relatief hoge mechanische eigenschappen
- Verminderen de huid- en respiratoire irritaties bij gebruik
- In principe onbeperkt beschikbaar
- Goede thermische barrière door de lage thermische geleiding (0,29-0,32W/mK)

Er zijn echter ook enkele nadelen:

- Hydrofiel karakter wat zorgt voor de opname van water
- Kwaliteit varieert
- Lage thermische stabiliteit
- Ontvlambaar

De vele onderzoeken naar de mogelijkheden van natuurlijke vezels tonen aan dat de stijfheid van de composieten goed is maar dat de andere mechanische eigenschappen minder goed zijn dan die van glasvezelversterkte composieten. De verschillende onderzoeken tonen vaak onderlinge afwijking van de resultaten. Dit is mogelijks te wijten aan de grote variatie in vezelkwaliteit of door de verschillende testprocedures. Zo zal een toename van de duur van de

test zorgen voor een afname van de mechanische eigenschappen omdat het aantal zwakke plaatsen of imperfecties in de vezel toeneemt. Er dient ook rekening te worden gehouden met het feit dat individuele vezels sterker zijn dan vezelbundels wat ook een oorzaak kan zijn voor de verschillen in de vezeldata. [9]

2.1.1.1 **Composieten met plantaardige vezels**

Natuurlijke, plantaardige vezels kunnen gebruikt worden om thermohardende harsen, thermoplastische harsen en natuurlijke polymeren zoals zetmeel, lignine, hemicellulose en Indisch rubber te versterken. Bovendien is dit materiaal volledig biodegradeerbaar.

Zoals eerder aangehaald, hangen de eigenschappen van composieten af van de individuele componenten en van de onderlinge samenhang ervan. De mate waarin de spanningsoverdracht en verdeling van de last efficiënt gebeurt, hangt af van de adhesie tussen beide componenten. De adhesie vereist, in dit geval, een modificatie van het cellulose-oppervlak. Daarom wordt een coating (meestal een coupling agent) aangebracht op de vezel om zo een binding tussen de vezel en de matrix mogelijk te maken.

De natuurlijke vezels worden opgedeeld in drie grote groepen en telkens worden de meest gebruikte natuurlijke versterkingsvezels weergegeven. [9] [10]

Plantaardige vezels

- Bastvezels: hierbij wordt de vezel uit de stam van de plant gewonnen. (vlas, hennep, jute, kenaf, mesta, ramie, urena en roselle)
- Zaadvezels (katoen, kapok en kokosvezel)
- Bladvezels (ananas, banaan, sisal, pandanus, abaca, curaua, agaves, cabuja, henequen, dadelpalm en Afrikaanse palm)
- Vruchtvezels (kokosnoot)
- Houtvezels (hard hout en zacht hout)
- Grassen en stro (tarwe, haver, gerst, rijst, bamboe, bagasse, stro, graan, koolzaad, rogge, esparto, olifantsgras en bloemriet)

Dierlijke vezels

- Wol (bv. schaaпswol)
- Haren (bv. geitenwol)
- Zijdesoorten

Minerale vezels (bv. asbestvezels)

2.1.1.2 Beperkingen van natuurlijk vezelversterkte composieten

Aangezien natuurlijke vezels uit verschillende bronnen kunnen worden geëxtraheerd, zoals eerder aangegeven, zullen de eigenschappen sterk variëren van de ene soort naar de andere. Met als gevolg dat een grote variatie in de chemische samenstelling (hoeveelheid cellulose, hemicellulose, lignine,...) en de supramoleculaire structuur (o.a. de grote van de cellen) van de natuurlijke vezels een sterke invloed zullen hebben op de mechanische eigenschappen en aldus op de eigenschappen van het composiet.

Bij natuurlijk vezelversterkte composieten hangt de productiekwaliteit af van de omgevingsomstandigheden waarin de vezel verbouwd wordt. Het natuurlijk vezelmateriaal is niet homogeen omdat de homogeniteit afhangt van het ras, de groei, de oogst en de omstandigheden waarin de eerste bewerkingsstappen worden uitgevoerd.

De bereiding van vezels is een zeer intensieve en tijdrovende bezigheid. De veranderingen van de eigenschappen en de afmetingen van natuurlijk vezelversterkte composieten hangen af van de fysische eigenschappen van de vezel. Zo kan de lage dichtheid van de natuurlijk plantaardige vezel nadelig zijn bij de processing door de benodigde druk. De vezel heeft namelijk de neiging om naar het oppervlak te migreren.

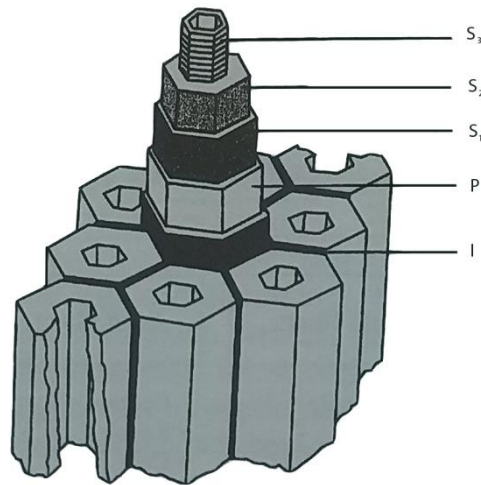
Mogelijke problemen kunnen de variatie in kwaliteit, het transporteren, de landbouwprocessen, de vochtigheid en de rotgevoeligheid zijn. Zonder oplossingen voor deze problemen zullen deze materialen slechts beperkt toegepast worden in de moderne industriële toepassingen. De eigenschappen van natuurlijke producten variëren naargelang de verscheidenheid van de gewassen en de weersomstandigheden gedurende de groei en de oogst.

Het hydrofiele karakter van natuurlijke vezels leidt tot een verminderde dispersie van het cellulose materiaal in de thermoplastische kunststofsmelt en een slechte adhesie tussen de lignocellulosevezels en de hydrofobe polymeermatrix. Deze twee factoren bepalen in grote mate het goed functioneren van het composiet. Dit hydrofiele karakter zorgt ook voor de opname van water wat op zijn beurt zorgt voor het zwellen van de vezels met een slechte dimensionale stabiliteit tot gevolg.

De snelle toename van synthetische vezels hebben ertoe geleid dat de technologische ontwikkeling van de oogstmethoden en verwerkingsmethoden voor natuurlijke vezels achterop geraakten. Ook de snelle daling van bv. de linnen industrie, heeft de innovatie ontmoedigd in de vlasindustrie ook al produceerde deze een van de sterkste van alle natuurlijke vezels. [9] [10]

2.1.1.3 Eigenschappen van natuurlijke, plantaardige vezels

De eigenschappen van natuurlijke vezels komen van hun structuur en chemische samenstelling. Plantaardige vezels worden namelijk gekenmerkt door hun cellulaire structuur (Figuur 7). Elke cel bevat geordende cellulose gebieden of microfibrillen die verbonden zijn door middel van lignine en hemicellulose. Een cel heeft één externe wand en drie dikke zijwanden. Hoe meer parallel de microfibrillen liggen met de as van de vezel, hoe beter de mechanische eigenschappen zijn. De meeste natuurlijke vezels hebben een poreuze structuur wat een belangrijke factor kan zijn bij de verzadiging met het hars.



Figuur 7: Schematische voorstelling van de cellulaire structuur van de vezel van een plant. Hierbij is P: de uitwendige wand, I: intercellulaire kleefstof (bv. lignine), S_1 : uitwendige zijwand, S_2 : middelste zijwand en S_3 : inwendige zijwand. [9]

In Tabel 1 wordt duidelijk weergegeven dat de mechanische eigenschappen van plantaardige vezels, vooral dan van vlas, hennep, jute en sisal, zeer goed zijn en kunnen concurreren met die van glasvezel. De chemische samenstelling van de vezels varieert van bron tot bron omdat de vezels niet altijd correct geëxtraheerd worden. Daarom moet rekening gehouden worden met het feit dat de range van de chemische samenstelling van natuurlijke vezels in Tabel 1 kan variëren naargelang de bron.

Onderzoek heeft aangetoond dat vlasvezelversterkte composieten dezelfde stijfheid vertonen als glasvezelversterkte composieten. De vlasvezelversterkte kunststoffen zijn echter minder sterk. Dit komt omdat natuurlijke vezels meestal niet bestaan uit een enkele draad in tegenstelling tot de door de mens gemaakte vezels. De manier waarop de vezel aanwezig is in het composiet varieert van vezelpakketten tot enkelvoudige vezels waardoor de mechanische eigenschappen sterk variëren.

Gezwingelde vlasvezelbundels worden bekomen na de eerste bewerkingsstap in het vlas-verwerkingsproces: het breken of het zwingelen van het vlas. Deze vezels hebben een goede kwaliteit/prijs verhouding en worden vaak gebruikt in natuurlijk vezelversterkte thermoplastische en thermohardende composieten. Deze zijn sterker in de langsrichting dan in de dwarsrichting wat te wijten is aan de zwakke pectine bindingen.

De echt sterke vlasvezels zijn de enkelvoudige vezels die een gemiddelde trekkracht hebben tot 1500MPa. [9] [10] [11] [12] [13]

Vezel	Dichtheid (g/cm³)	Treksterkte (MN/m²)	Elasticiteitsmodulus (GPa)	Breukrek (%)	Vochtabsorptie (%)
E-glas	2,55	2400	73	3	-
Vlas	1,4	800-1500	60-80	1,2-1,6	7
Hennep	1,48	550-900	70	1,6	8
Jute	1,46	400-800	10-30	1,8	12
Ramie	1,5	500	44	2	12-17
Kokosvezel	1,25	220	6	15-25	10
Sisal	1,33	600-700	38	2-3	11
Abaca	1,5	980	-	-	-
Katoen	1,51	400	12	3-10	8-25

Tabel 1: Mechanische eigenschappen van natuurlijke vezels in vergelijking met die van glasvezels [9]

2.1.2 Bastvezels

De bastvezels, waartoe vlas behoort, is een plantaardige vezel. Hierbij wordt de vezel uit de stam van de plant gewonnen. De plantaardige celwand van de bastvezels en andere lignocellulose vezels (een complex dat met energierijke verbindingen stevigheid verleent aan het gewas) bestaan hoofdzakelijk uit cellulose, hemicellulose en lignine. De aanwezige hoeveelheid van deze drie stoffen varieert aanzienlijk onder de verschillende bastvezels. Vlas heeft bv. een relatief hoog cellulose gehalte en een lage hoeveelheid lignine. Jute daarentegen heeft een hoge hoeveelheid lignine. De samenstelling is ook anders boven en onderaan de stengel van de plant en verandert gedurende de groei. Zo neemt het ligninegehalte sterk toe naar het einde van de groeiperiode van de plant.

Een cellulosevezel is een mengsel van amorfe gebieden en gebieden met kleine kristallieten met hoge oriëntatie in de vezelrichting en willekeurige oriëntatie in de laterale richting. De amorfe gebieden nemen veel meer water op dan de kristallijne. Door een toename van de kristalliniteit door bv. een hydrothermische behandeling, zal het zwellen van de vezels afnemen. Ook cycli van absorptie en desorptie (bv. door drogen) kunnen de kristalliniteit verbeteren wat resulteert in een lagere wateropname na elke cyclus. Verschillende studies toonden reeds aan dat de mechanische eigenschappen van composieten toenemen door gebruik te maken van alkalisch behandelde natuurlijke vezels. Dit zorgt ervoor dat de polariteit van vlasvezels afneemt. Het lignine is dan meer gelegen tegen de rand van de kristallieten wat de wateropname verhindert. Intercellulaire insluitels (een stukje materiaal dat wordt ingesloten in een ander materiaal gedurende de vorming ervan) zoals hemicellulose worden gedeeltelijk verwijderd bij de extractie.

De opname van vocht kan worden neergeschreven in volgende vergelijking [14]:

$$\log\left(\frac{Q_t}{Q_\infty}\right) = \log k + n \log t$$

Hierin is Q_t het mol% toename in de opname op tijdstip t , Q_∞ is het mol% toename in de opname bij evenwicht en k is een materiaalconstante die de interactie aangeeft tussen het materiaal en het water.

Een belangrijk deel van het zwellen van natuurlijke vezels gebeurt door de opname van water veroorzaakt door het hydrofiele hemicellulose. Dit wordt duidelijk door het verschil in zwellen bij het groene vlas en het geroot vlas. Het groene vlas heeft een grotere hoeveelheid hemicellulose en vertoont dus een grotere zwellen in een vochtige omgeving. Door de hoeveelheid hemicellulose te verminderen, reduceert de zwelcapaciteit van de lignocellulose vezels.

De opname van water door een hygroscopische substantie zoals cellulose of hemicellulose is een hydratatiereactie (hierbij wordt water toegevoegd aan een stof) waarbij de beschikbare hydroxylgroepen van de substantie betrokken zijn. De door het droge cellulose geabsorbeerde watermoleculen vormen een cellulosehydraat met een exotherme reactie. De hoeveelheid geabsorbeerd water hangt af van de relatieve vochtigheid in de omgeving, de zuiverheid van het cellulose en de graad van kristalliniteit.

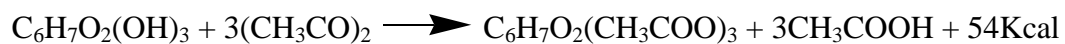
Er worden drie soorten geabsorbeerd water onderscheiden in lignocellulosemateriaal: "niet-bevroren" water, "bevroren" water en "vrij" water. De eerste laag van water dat direct gebonden is aan de $-\text{CH}_2\text{OH}$ groepen van het lignocellulose vormt een relatief sterke waterstofbinding en trekt andere watermoleculen aan met zwakkere waterstofbindingen. Deze laag met zwakke bindingen kan meerdere lagen dik zijn en vertoont orde. Dit vormt het "bevroren" water en de laatste laag hiervan is het "niet-bevroren" water. Boven een bepaalde waterhoeveelheid, het vezelverzadigingspunt, kan het water beschouwd worden als "vrij" water. In bastvezels ligt het vezelverzadigingspunt op ongeveer 20%.

Door de opname van het water in de celwand zullen de vezels zwellen tot de kracht veroorzaakt door de waterabsorptie wordt tegengewerkt door de cohesieve krachten van de celwand. De zwellen van lignocellulosevezels vertoont een uitgesproken richtingsafhankelijkheid. De optredende dimensionele veranderingen zullen namelijk het grootst zijn in de dwarsrichting en het kleinst in de longitudinale richting. De ontstane druk door zwellen van de lignocellulosevezels door de opname van water is zeer hoog. In de oudheid werd deze druk gebruikt om stenen mee te splijten.

Enkele methoden om het zwellen te verminderen:

a) Acetylering

Acetylering is een jarenlang gekende methode en werd vroeger toegepast op cellulose uit hout om de celwanden te stabiliseren en zo te beschermen tegen het vocht, de dimensionale stabiliteit te verbeteren en te beschermen tegen degradatie door omgevingsinvloeden. Deze techniek wordt al lange tijd toegepast op textiel en sinds enkele jaren wordt er onderzoek gevoerd naar de toepasbaarheid in natuurlijke vezels als versterking in polymeercomposieten. De methode werkt op basis van de reactie van lignocellulosisch materiaal met azijnzuuranhydride bij verhoogde temperatuur meestal zonder toevoeging van een katalysator. Het azijnzuuranhydride reageert met de meer reactieve hydroxylgroepen volgens volgende reactie:



In de meest eenvoudige methode wordt de plantaardige vezel in azijnzuuranhydride geweekt. Azijnzuuranhydride is echter een slecht zwelmiddel voor cellulose. Om de reactie te versnellen wordt het lignocellulosemateriaal eerst in azijnzuur geweekt en vervolgens behandeld met azijnzuuranhydride. Tot slot worden de vezels gewassen om het azijnzuur te verwijderen. Een belangrijke verbetering in het proces is het onttrekken van het azijnzuurrestitu met vacuüm terwijl de reactor nog warm is. De reactie wordt uitgevoerd in een oven en het azijnzuur wordt opgevangen in een condensor. Indien dit correct uitgevoerd wordt, dan zou de sterkte en de elasticiteitsmodulus niet mogen verminderen door het acetyleringsproces.

Het acetyleren van hydroxylgroepen reduceert sterk de hydrofiliteit. Dergelijke modificatie veroorzaakt een toename van het volume van de celwand en maakt het materiaal minder gevoelig aan biologisch verval. Die biologische bescherming komt tot stand door enerzijds het lager vochtgehalte en anderzijds door de modificatie van de celwand zodat de enzymen, die verantwoordelijk zijn voor de afbraak, de vezels niet herkennen. De reactiviteit van de hydroxylgroepen in lignocellulosische materialen neemt toe volgens de aanwezigheid van lignine > hemicellulose > cellulose.

b) Hydrothermische behandeling

Een simpele thermische of hydrothermische behandeling kan de kristalliniteit van het cellulose verhogen en draagt zo bij tot een gereduceerde vochtopname. Bij gebruik van een hydrothermische behandeling wordt een deel van de hemicellulose onttrokken waardoor het vochtgehalte verder afneemt. Bij een temperatuur rond 120°C zal de polymerisatiegraad van het cellulose afnemen, waardoor de vezels bros en minder sterk worden. Indien er nog verder wordt opgewarmd zal er de-acetylering van het hemicellulose optreden met de vorming van azijnzuur wat op zijn beurt de splitsing van de celluloseketens versneld. Een thermische of hydrothermische reactie zal de vochtopname verminderen maar met afname van de andere vezeleigenschappen.

c) Toevoeging van een bindmiddel

Door het toevoegen van een chemisch bindmiddel neemt het hydrofiel karakter van de vezel af. De opname van water wordt dan sterk gereduceerd in vergelijking met dat van onbehandelde vezels. Het bindmiddel zorgt ervoor dat de bindingen tussen matrix en vezel worden versterkt. De hydroxylgroepen van het cellulose uit de vezel reageren met de functionele groepen van het bindmiddel. Deze laatste bindt op zijn beurt dan weer met de polymeermatrix en zorgt zo voor een goede binding. Hierdoor is de kans dat een hydroxylgroep in contact komt met een watermolecule zeer klein. Alhoewel de affiniteit voor water sterk gereduceerd wordt zullen de mechanische eigenschappen van de vezels en dus ook van het composiet, bij lange perioden van onderdompeling in water, sterk afnemen. Daarom is het niet interessant om vlasvezel/PP composieten te gebruiken in toepassingen waar de wateropname een kritische rol speelt. [9] [10] [14]

2.1.3 Vlasvezels

Vlas (*Linum usitatissimum*) is een jaarlijks groeiende plant die ongeveer 1,2m hoog wordt met groene, lancetvormige (de lengte van het blad bedraagt hierbij 3,1 tot 5,0 maal de breedte van het blad) bladen en blauwe of rode bloemen. De bloemen dragen telkens vijf bloembladen. Er wordt een onderscheid gemaakt tussen het vezelvlas dat gebruikt wordt voor het linnen en olievlas dat gebruikt wordt voor lijnzaadolie.

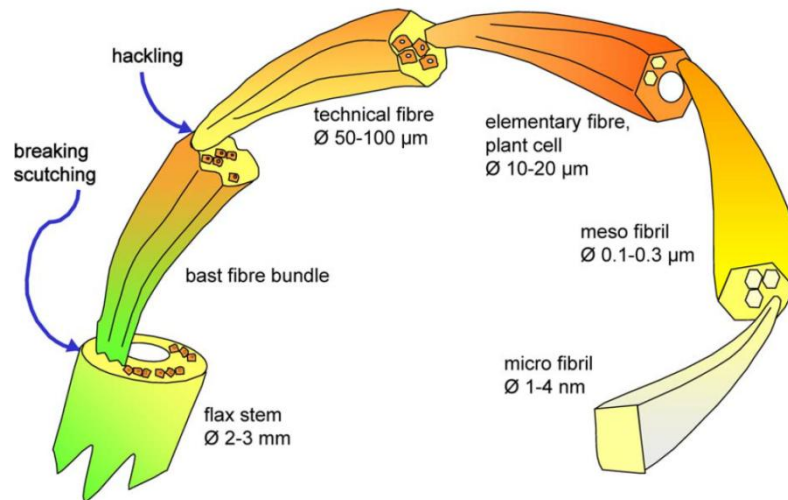
Vlas heeft uitstekende eigenschappen, het wordt gebruikt in o.a. tennisrackets en ski's. Dit komt omdat het licht en goedkoop is. Daarnaast absorbeert het trillingen en schokken wat bijvoorbeeld van toepassing is in tennisrackets waarbij dat de vlasvezelgevulde rackets veel minder zullen trillen dan de carbongevulde rackets. Hierdoor neemt de kans op tennisellebogen drastisch af.

Vlasvezel is zacht, glanzend en flexibel. Het is sterker dan katoenvezel maar minder elastisch. De meest kwalitatieve vezels worden gebruikt in linnen en de inferieure vezels in strengen en draden. Vlasvezel wordt ook gebruikt in hoogwaardig papier dat gebruikt wordt voor bankbiljetten en theezakjes. Verder wordt vlas gebruikt omdat het weinig aarde opneemt, vrij is van bacteriën, het niet donzig wordt en een goede weerstand tegen basen vertoont. De thermische geleidbaarheid bedraagt 0,055W/mK. De rek bij breuk bedraagt 1,5-4% en de waterabsorptie varieert tussen de 8-10%.

De markt van de composieten is voor de vlasindustrie veel interessanter dan de klassieke textielmarkt. Textiel is modegevoelig in vergelijking met de veel stabielere markt van de composieten.

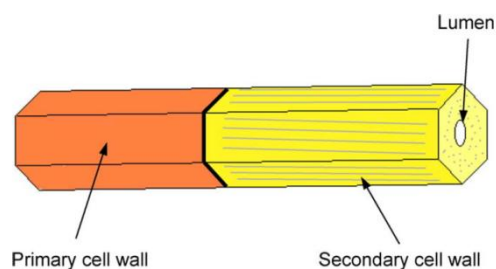
Vlasvezels worden ingedeeld onder de bastvezels. Deze laatste zorgt in de natuur voor de goede stabilisatie van de plant. Dit zorgt dan op zijn beurt voor de goede mechanische eigenschappen van de vezelversterkte composieten.

Vlasvezels worden geëxtraheerd uit de stengel van de vlasplant (Figuur 8) in de vorm van lange vezelbundels. Deze bundels noemen we technische vezels. Elke stengel bevat ongeveer 700 tot 1400 technische vezels met een lengte van 0,5 tot 1m. De technische vezels bestaan uit 10 tot 40 elementaire of enkelvoudige vezels. Deze zijn op hun beurt 2 tot 5cm lang en hebben diameters van 5 tot 35 μm . Ze worden bijeengehouden door pectines en hemicellulose. Elementaire vezels op zich zijn niet rond maar veelvakkig van doorsnede met 5, 6 of 7 hoeken zodat het beter kan gebundeld worden in de technische vezel.



Figuur 8: De vlasvezel van stengel tot microfibril [15]

De elementaire vezels (Figuur 9) bestaan uit een primaire celwand, een secundaire celwand en een lumen. Het lumen is een open kanaal in het midden van de vezel. Uit studies [15] is gebleken dat de modulus van de elementaire vezel afhankelijk is van de diameter van de vezel. Er is echter een grote spreiding op deze moduli die mogelijks te wijten is aan de variatie in de grote van het lumen tussen vezels met verschillende diameter. De secundaire celwand zorgt voor de diameter van de vezel en bestaat hoofdzakelijk uit cellulose en hemicellulose. De cellulose kristallieten liggen in georiënteerde, hoog kristallijne microfibrillen die samengehouden worden door de hoog amorf hemicellulose. De hoog kristallijne structuur van de secundaire celwand maakt de vezels stijf en sterk in lengterichting. Maar door de oriëntatie van de kristallieten en door de aanwezigheid van amorf gebieden tussen de kristallieten zijn de sterkte en stijfheid in laterale richting sterk verschillend van de sterkte en stijfheid in de langsricting wat een grote invloed kan hebben op de uiteindelijk geproduceerde composieten. Alhoewel natuurlijke vezels lagere sterkte-eigenschappen hebben dan synthetische vezels, blijkt dat de stijfheid en de rek bij breuk toch de mogelijkheid geeft om deze synthetische vezels in bepaalde toepassingen te vervangen. [9] [11] [16] [17] [18] [15]



Figuur 9: Schematische voorstelling van de doorsnede van een elementaire vezel [15]

2.1.3.1 Productieproces

De beste bodem om vlas te verbouwen zijn diepe leemgronden. Zware kleigronden, grindachtige gronden en droge zandige gronden worden best vermeden. De plant bereikt een hoogte van 10 tot 15cm in de eerste 8 weken en groeit dan enkele centimeter per dag onder optimale omstandigheden.

Na ongeveer 100 dagen of een maand nadat de plant heeft gebloeid of 2 weken nadat het zaadkapsel gevormd is kan de oogst gestart worden door de plant uit te trekken. De onderkant van de plant heeft dan een bruine kleur. Indien de plant nog groen is, zijn de zaden onbruikbaar en de vezels onvoldoende ontwikkeld. De vezels zullen degraderen als de plant volledig bruin wordt. Na het oogsten blijft het vlas enkele uren op het veld liggen waardoor de vlasstengels minder buigzaam worden.

Nu wordt het vlas geroot waarbij de lange vezelbundels worden losgeweekt van de weefsels van de vaatbundels. De optredende pectine-ontbinding zorgt ervoor dat het houtachtige gedeelte van de vezels week gemaakt wordt. De tijdsduur van het roten speelt hierbij een grote rol. Een te korte rotting zal problemen opleveren bij het zwingelen terwijl een te lange rotting ervoor zal zorgen dat de vlasvezels minder aan elkaar kleven waardoor de weerstand tegen breuk zal afnemen.

Men onderscheidt twee rootmethodes: het waterrotten en het dauwrotten. Het waterrotten gebeurt in stilstaand of stromend water. Bij het dauwrotten wordt het vlas blootgesteld aan vocht om zo de pectine af te breken die de vezels bij elkaar houdt. Dit wordt echter meer toegepast en gebeurt op het veld.

De volgende stap in het proces is het breken of brakelen van het vlas. Door de vlasstengels tussen walsen te leiden wordt de centrale houtcilinder in de stengel gebroken. De vezels zelf worden door hun soepelheid niet gebroken. Deze stap in het proces zorgt er ook voor dat de houtschilfers of lemen vastgehecht blijven aan de vezelbundels. Deze worden dan bij het zwingelen verwijderd.

Het zwingelen verwijdert de hout- en bastdeeltjes uit de vezelbundels. Hierna worden dan de lange vlasvezel (lint) en afval bekomen. Het houtachtige deel van de vlasstengel dat verantwoordelijk is voor de veerkracht van de plant, namelijk het leem, bepaald de hoeveelheid afval. De nog in het afval aanwezige korte stukjes vezels, klodden genaamd, worden er met behulp van speciale zwingelmachines opnieuw uitgehaald.

Het vlas kan ook gezwingeld worden zonder het eerst te roten. Hierbij wordt meteen na het repelen overgegaan op het zwingelen van het vlas.

Vervolgens wordt het lange vlas gehekeld. Dit is een kambewerking die de vezelbundels splijt. Tot slot kan men, na enkele verfijningsstappen het hekkellint spinnen. De klodden worden verder verwerkt tot linten en na de nodige verfijningsstappen tot garen gesponnen. De mate waarin het vlas van het veld komt wordt beschreven in de vlaswaardeketen. Hoe verder in de waardeketen, hoe duurder en hoe zuiverder het vlas.

Het productieproces speelt een belangrijke rol bij de mechanische eigenschappen. Hierbij zijn vooral de diameter en de lengte van belang. Zo zal bij een toenemende diameter, de modulus van de vezel afnemen. [9] [16]

2.1.3.2 Structuur

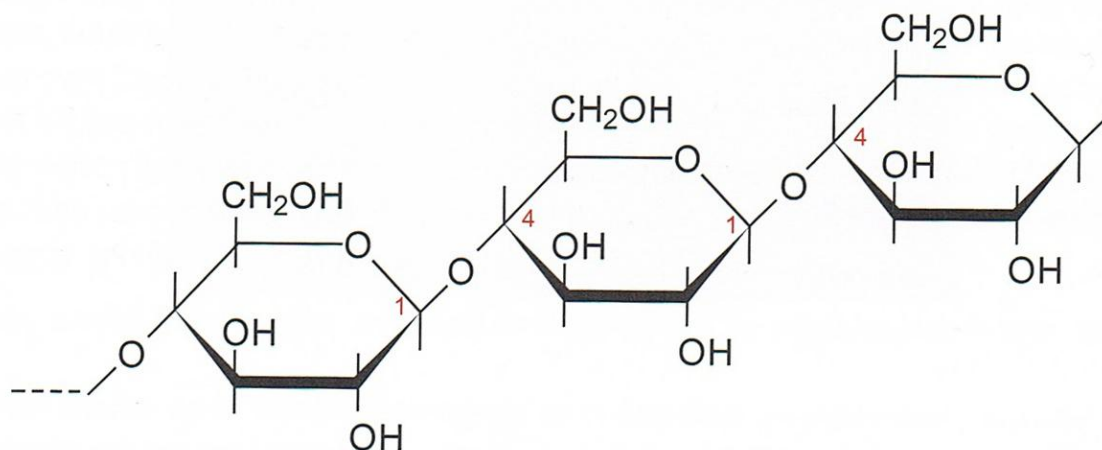
In Tabel 2 wordt de chemische samenstelling van vlasvezels weergegeven:

Component	Flax [%]
Cellulose	~65
Hemicellulose	~16
Pectin	3
Lignin	2.5
Proteins, ash and minerals	3 (proteins only)
Fats and Waxes	1.5
Ash (Minerals)	1
Water	8

Tabel 2: Chemische samenstelling van vlasvezels [19]

Cellulose

Cellulose is een polysaccharide die zich in de celwand van planten bevindt. Het wordt hoofdzakelijk uit hout gewonnen, maar ook vlas, hennep, suikerriet, bamboe, stro, palmlaadvezels (raffia), kokosvezels en zaadpluizen (katoen en kapok) zijn opgebouwd uit cellulose. Het is samengesteld uit onvertakte glucopyranoseketens waarin de monomeren door β -1,4-glycosidebindingen aan elkaar gehecht zijn, zoals weergegeven in onderstaande figuur. Het is dus een 1,4- β -D-glucan.



Figuur 10: Cellulose [20]

De aanwezige hydroxylgroepen vormen waterstofbruggen binnen de macromolecule (intramoleculair) en tussen andere cellulose macromoleculen (intermoleculair). Daarom zijn alle plantaardige vezels hydrofiel van nature.

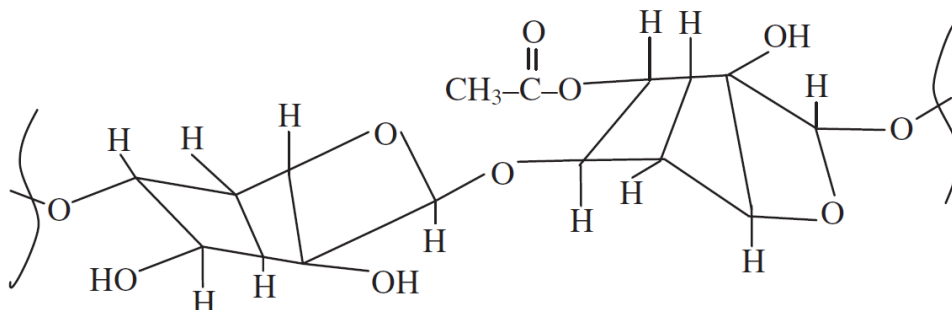
Cellulose is een sterk geordende materie. Per micel bevinden zich dertig tot veertig macromoleculen. Zo'n twintig van deze micellen vormen samen microfibrillen. Deze geordende structuur zorgt voor de goede bestandheid tegen zuren. Hoe hoger het cellulosegehalte in de plant, hoe beter de mechanische eigenschappen van de vezels. Het cellulosegehalte hangt af van het soort plant en de leeftijd van de plant.

Cellulose heeft een amorfe en een kristallijne structuur. Alle hydroxylgroepen in de amorfe fase zijn toegankelijk voor water (polaire oplossingen), in tegenstelling tot de kristallijne delen waar enkel het oppervlak beschikbaar komt voor waterabsorptie. Dit resulteert in een afname van de eigenschappen van thermoplastische, natuurlijk vezelversterkte composieten door de incompatibiliteit van de verschillende constituenten. Natuurlijke vezels zijn hydrofiel en thermoplasten zijn hydrofoob. De incompatibiliteit resulteert in een zwakke interactie tussen de componenten en dus een zwakker oppervlak. De vezel-vezel interactie resulterende uit de intermoleculaire waterstofbindingen beperkt de verspreiding van de vezels in de matrix. Oppervlaktemodificatie is nodig om de verspreiding van de vezels te bevorderen en om de binding tussen de natuurlijke vezel en de matrix te induceren.

De stijfheid en sterkte van op cellulose en lignocellulose gebaseerde materialen worden veroorzaakt door de vorming van waterstofbindingen, tussen en in de kettingen. De amorfe en kristallijne gebieden hebben een gelijkaardige vorm en morfologie (leer van vorm en bouw van de organismen), maar de amorfe gebieden hebben minder waterstofbruggen in de ketting. Hierdoor zijn de amorfe gebieden gemakkelijker bereikbaar voor waterstofbruggen.

Hemicellulose

Hemicellulose (Figuur 11) is een koolhydraat (ook suiker of sacharide genoemd) dat zich in de celwand bevindt en dat door de plant als voedingsreserve wordt gebruikt. Hemicellulose is een copolymeer (polymeren opgebouwd uit verschillende monomeren) bestaande uit een verzameling suikermoleculen als monomeereenheden. De meest voorkomende eenheden zijn D-glucose, D-galactose, D-mannose, D-xylose en L-arabinose. Hemicellulose polymeren zijn vertakt, volledig amorf en hebben een opvallend lager moleculair gewicht dan cellulose. Door de open structuur die hoofdzakelijk hydroxyl- en acetylgroepen bevat is hemicellulose gedeeltelijk oplosbaar in water en kan het grote hoeveelheden water absorberen. Hemicellulose is sterk gebonden aan cellulosevezels door waterstofbruggen.



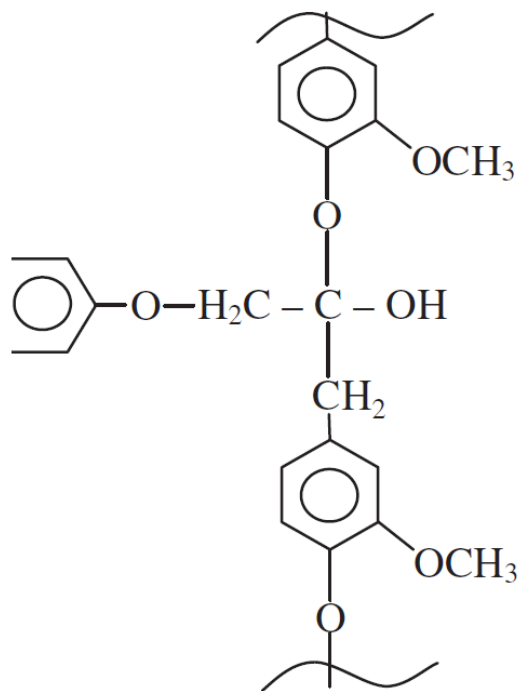
Figuur 11: Hemicellulose [21]

Pectine

Pectine is een soort lijm die ervoor zorgt dat de delen van de plant bij elkaar worden gehouden. De stof is aanwezig bij groene planten en zal het uitzicht van de plant beïnvloeden. Deze zal er namelijk grauwer en doffer uitzien bij een tekort aan pectine. Pectine is amorf en heeft een aromatische structuur. Pectine en lignine zijn gekoppeld met het cellulose-hemicellulose netwerk en zorgen dat de moleculen door adhesie bij elkaar gehouden worden. Deze adhesie is van groot belang bij de sterkte en de stijfheid van de vezel.

Lignine

Lignine (Figuur 12) is een gecrosslinked polymeer met een complex netwerk dat hoofdzakelijk gebaseerd is op fenyylpropan eenheden met een grote serie aan substituenten. Lignine toont het minst van al waterabsorptie in de bastvezels wat eigenlijk niet te verwonderen is door de grote hoeveelheid aan aromatische groepen. Het grootste aandeel aan lignine in vlasplanten bevindt zich in de kern van de stengel en zorgt voor de sterkte en de vastheid van de natuurlijke vezels. Het biedt weerstand tegen microbiologische degradatie. [9] [11] [20] [22] [23] [21]



Figuur 12: Lignine [21]

2.2 Matrix

2.2.1 Algemeen

De matrix in het composiet zorgt dat de vezels worden samengehouden en beschermt deze tegen slijtage of omgevingsinvloeden. Door de aanwezigheid van de matrix, kan de kracht van de ene vezel op de andere worden overgedragen als één van de vezels het begeeft. De kracht wordt dan overgedragen van het gebroken uiteinde via de matrix naar het andere uiteinde van de vezel en de andere vezels in de omgeving.

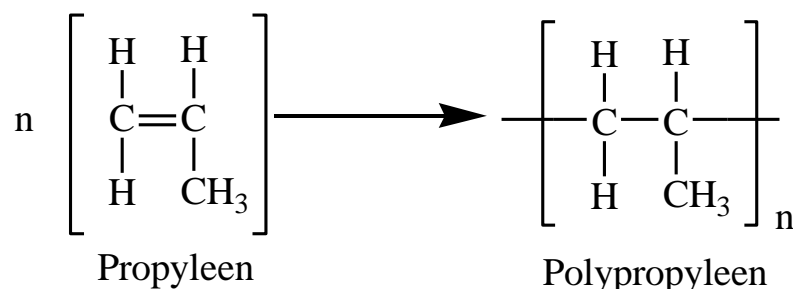
Als matrixmateriaal worden meestal polymeren gebruikt. De reden hiervoor is dat ze een kleine sterkte en stijfheid hebben wat wordt gecompenseerd door het toevoegen van de versterking. Het nadeel is dat ze hygroscopisch zijn, gevoelig zijn aan straling en een grote thermische uitzettingscoëfficiënt hebben.

Het matrixmateriaal wordt opgedeeld in drie grote groepen:

- Thermoharders (o.a. Fenolformaldehyde, Epoxy, Polyester, Polyimide en Polyurethaan)
- Thermoplasten (o.a. Polypropyleen, Polyamide, Polyethyleen, Polystyreen en Polyvinylchloride)
- Rubber en natuurlijke polymeren (o.a. Indiaas rubber, Gemodificeerd zetmeel, Polyacetaat, Cellulose esters, Tannine, Polyhydroxyboterzuur)

2.2.2 Polypropyleen (polypropeen of PP)

Het polymeer PP wordt gemaakt door een additiepolymerisatie van het monomeer propeen (Figuur 13). Propeen kan gepolymeriseerd worden via een coördinatie polymerisatie met een Ziegler-Natta-katalysator. Deze katalysator bestaat uit twee verbindingen: een transitmetaalhalogenide en een alkylderivaat. Meestal wordt $\text{TiCl}_4\text{-AlEt}_3$ of titaantetrachloride-triethylaluminium gebruikt. Het resulterende polymeer is dan voor 90% isotactisch (de CH_3 -groepen bevinden zich aan één zijde van de hoofdketen).



Figuur 13: Polymerisatiereactie van PP

In deze masterproef wordt voor de matrix PP gebruikt. Het is dus een onvernet systeem dat vloeibaar wordt bij opwarmen en na afkoeling weer een vaste vorm aanneemt. Tevens is het semi-kristallijn en smelt het bij ongeveer 165°C . Door de lage slagsterkte van PP bij lage temperaturen wordt het voor veel toepassingen gemodificeerd met rubber. PP wordt gebruikt voor buizen, huishoudelijke voorwerpen, medische apparaten, textiel, ... Door de zeer goede bestendigheid tegen mechanische belasting wordt het gebruikt voor filmscharnieren. Nog een belangrijke eigenschap van PP is dat het blijft drijven op water omdat de dichtheid $0,905\text{g/cm}^3$ bedraagt. Het is goed bestand tegen zuren en alkaliën maar is slecht bestand tegen zwavelzuur, chloorsulfonzuur en oxiderende stoffen. [1] [24] [25] [26]

2.3 Sizing

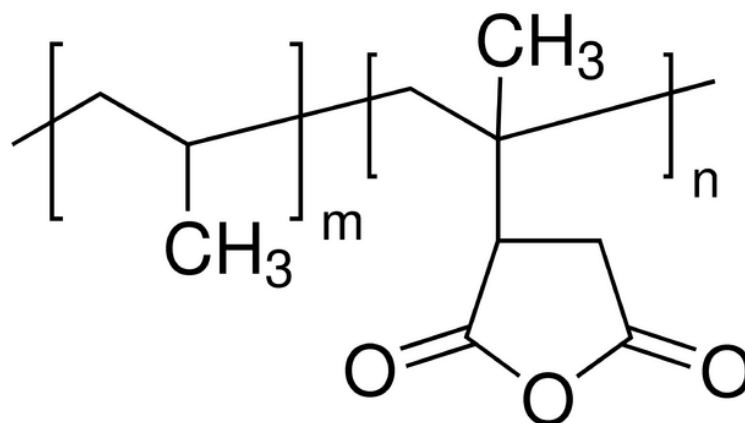
2.3.1 Algemeen

Een derde component in een composiet, naast de vezels en de matrix, is de sizing. De sizing zorgt voor de koppeling (Eng. *coupling agent*) tussen de matrix en het versterkingsmateriaal. De toevoeging van een dergelijke coating kan verschillende functies hebben:

- Beschermen van de vezels door te functioneren als smeermiddel. Dit is nodig omdat de vezels tegen elkaar en tegen de apparatuur schuren gedurende de productie.
- Samenhouden van de vezels.
- Adhesie tussen de matrix en de vezels te bevorderen.
- Vergroten van de weerstand tegen vochtname.

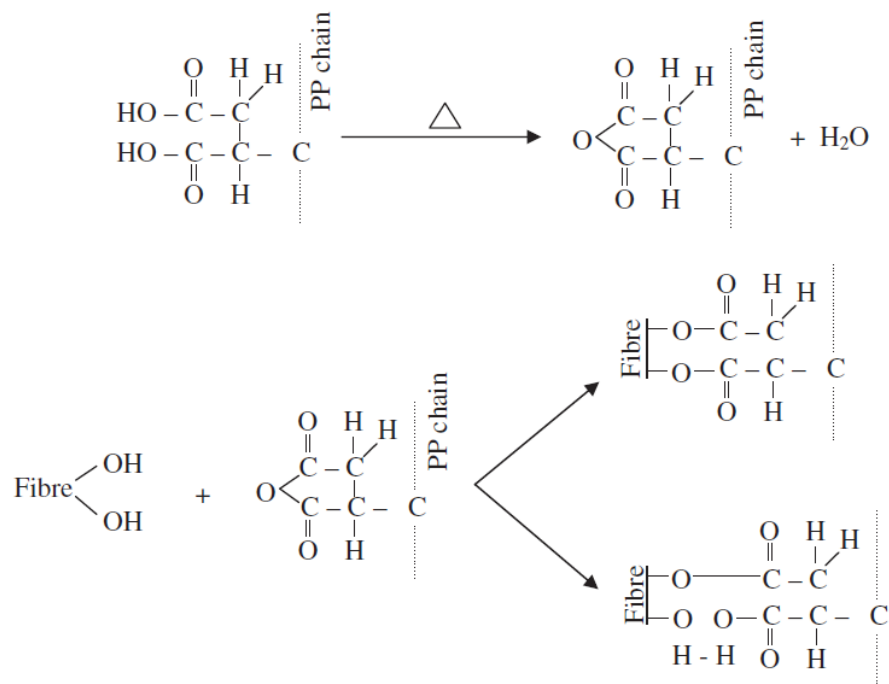
2.3.2 Maleic-anhydride grafted PP (MAPP of PP-g-MA)

Gezien de structuur van PP moet er gebruik gemaakt worden van een bindmiddel om een goede hechting te voorzien tussen de polaire vezel en de apolaire matrix. Hiervoor wordt PP-g-MA of maleic-anhydride grafted PP (Figuur 14), kortweg MAPP, aan het PP toegevoegd. Dit is een coupling agent bestaande uit PP waarop maleïnezuuranhydride gebonden is.



Figuur 14: Chemische structuur van MAPP [27]

Het reactiemechanisme wordt in Figuur 15 weergegeven. De toevoeging van het bindmiddel zorgt ervoor dat er covalente bindingen ontstaan tussen de zuurgroepen van het anhydride van MAPP en de hydroxylgroepen van de cellulose. Dit werd reeds aangetoond met IR studies [28]. Deze zorgen voor een betere spanningsoverdracht van de matrix naar de vezels wat resulteert in een betere treksterkte. Langs de andere kant zullen de MAPP- en PP-kettingen met elkaar verstrengelen en zo als fysische cross-links fungeren. Als er dan spanning wordt aangebracht op de PP matrix kan deze via de verstrengelingen worden overgebracht naar de vezels.



Figuur 15: Reactiemechanisme van maleïnezuuranhydride, PP en de cellulosevezels [21]

Het gebruik van MAPP verbetert de mechanische eigenschappen van composieten door de adhesie tussen de vlasvezel en het PP. Zowel het zuurgetal (de hoeveelheid (mg) aan kaliumhydroxide (KOH) nodig om een gram van een chemische substantie te neutraliseren) als het moleculair gewicht van het MAPP zijn zeer belangrijke parameters die de doeltreffendheid van het MAPP bepalen. Het moleculair gewicht zal een effect hebben op de verstrengeling met de matrix ketens en het zuurgetal heeft een invloed op de binding met de functionele groepen. Uit studies blijkt dat er een kritische hoeveelheid aan bindmiddel is waarbij, afhankelijk van zijn samenstelling en het moleculair gewicht, de sterkste interactie tussen de lignocellulose vezels en een PP matrix zal optreden. Tevens zal de wateropname afnemen door het toevoegen van MAPP, maar bij een langdurige blootstelling aan water zullen de vezels alsnog degenereren. Daarom wordt aangeraden om vlasvezel/PP composieten niet te gebruiken in toepassingen waar de wateropname een kritische rol speelt.

De stijfheid van niet gemodificeerd en MAPP-gemodificeerde composieten neemt toe bij een toename van de vezelvolumefractie. De toename van de modulus bij de MAPP-gemodificeerde composieten is echter ietwat hoger. De sterkte van het niet gemodificeerde vlasvezel/PP composiet neemt echter af door de slechte hechting tussen matrix en vezel. Terwijl voor de met MAPP gemodificeerde composieten een omgekeerde trend wordt waargenomen. Zelfs als de MAPP-gemodificeerde vlasvezel/PP composiet verschillende keren hergebruikt wordt bij het spuitgieten, zijn de mechanische eigenschappen slechts lichtjes afgenomen. Dit duidt aan dat het vlasvezel/PP composiet een mogelijkheid biedt tot het hergebruiken.

Tabel 3 en Tabel 4 tonen duidelijk de invloed van het MAPP aan. Het is duidelijk dat het met MAPP behandelde vlas op elk gebied beter scoort dan het onbehandelde vlas. Het glasvezelversterkte PP is zowat op elk vlak superieur aan het met MAPP behandelde vlas behalve op het vlak van de specifieke trek- en buigstijfheid. Dit komt omdat vlas lichter is dan glas. [1] [10] [28]

Fibre	σ_t (MPa)	σ_t/ρ (MPa cm ³ /g)	E_t (MPa)	E_t/ρ (MPa cm ³ /g)
Glass	48.7 ± 1.6	34.5 ± 0.9	2175 ± 54	1542 ± 38
Untreated flax	27.3 ± 0.2	26.0 ± 0.2	1659 ± 45	1580 ± 43
MAPP treated flax	36.9 ± 0.9	35.1 ± 0.9	2128 ± 71	2027 ± 68

Tabel 3: Treksterkte eigenschappen van vlasvezel/PP en glasvezel/PP composieten met telkens 30wt.-% vezels. [10]

Fibre	σ_f (MPa)	σ_f/ρ (MPa cm ³ /g)	E_f (MPa)	E_f/ρ (MPa cm ³ /g)
Glass	84.0 ± 2.2	59.6 ± 1.5	5119 ± 181	3630 ± 125
Untreated flax	42.9 ± 0.1	40.9 ± 0.6	3900 ± 32	3714 ± 30
MAPP treated flax	57.5 ± 0.6	54.7 ± 0.6	4196 ± 8	3996 ± 7.6

Tabel 4: Buigeigenschappen van vlasvezel/PP en glasvezel/PP composieten met telkens 30wt.-% vezels. [10]

3 Aanmaak van de vlascompound

3.1 Vezelvolumefractie

Er wordt gewerkt met een vezelvolumefractie van 20wt.-%. De vezelvolumefractie (v_f) bepaalt de stijfheid van het composiet en wordt bepaald aan de hand van het soortelijk gewicht van de matrix en de vezel [3]:

$$v_f = \frac{M_f}{\rho_f \cdot V_c}$$

Hierbij is M_f de massa van de vezels (Eng. *fibre*), ρ_f de dichtheid van de vezels en V_c het volume van het composietstuk. [1] [3]

3.2 Het drogen van het vlas

Uit de theorie wordt duidelijk dat het drogen van vlas zeer belangrijk is. Dit gebeurt dan ook met extra zorg. Dit komt omdat de lignocellulosevezels hydrofiel zijn en vocht absorberen. Door de aanwezigheid van de vele hydroxylgroepen (of OH-groepen) tussen de macromoleculen in de celwand van de vezel kan vocht uit de atmosfeer dat in contact komt met de vezel de waterstofbindingen breken en nieuwe bindingen vormen met de vezels. Hierdoor zal de binding tussen de vezel en de matrix afnemen met dimensionele instabiliteit, barsten van de matrix en slechte mechanische eigenschappen van het composiet als gevolg.

In het labo wordt gebruik gemaakt van groot strovlas (vlas na het roten, zonder bewerkingen) gesneden op 2mm en een gewichtspercentage van 20%. Er wordt gekozen om met groot vlas te werken omdat het vlas dat zich verder in de vlaswaardeketen bevindt een wollige structuur heeft. Dit zuiverder vlas is dan niet alleen duurder, maar zorgt er ook voor dat het moeilijker te doseren is.

Het gewichtspercentage van 20% is een afgesproken waarde binnen het FlaxHemPlast-project. Het groot vlas bevat ongeveer 10% vocht en moet worden gedroogd. Dit gebeurt in een Venticell oven (Figuur 16) op 80°C gedurende 6 uur. [21]



Figuur 16: De venticell oven

3.3 Compounderen

Compounderen is het opsmelten van het ruwe polymeer, plastificeren en innemen van vezels, stabilisatoren, weekmakers, ... Het materiaal valt in twee (tegendraaiende of meedraaiende) schroeven en duwt de vezels in de smelt. Hierdoor hebben alle korrels dezelfde eigenschappen.

Er kan worden gesproken van een meedraaiende dubbelschroefextruder indien de schroeven allebei dezelfde kant opdraaien. Hierbij moet de draadrichting van beide schroeven dezelfde zijn (allebei linkse of allebei rechtse draad) aangezien de flanken van de ene schroef ingrijpen op de kanalen van de andere schroef.

Indien de ene schroef linksom draait (voorzien van een linkse draad) en de andere rechtsom (voorzien van een rechtse draad), dan is dit een tegendraaiende dubbelschroefextruder.

Parameters bij het compounderen van vlasvezels:

- Vochtgehalte van de vezels: indien deze onvoldoende droog zijn zal het vocht een nefast effect hebben op de hechting tussen de matrix en de vezel. Tevens zal de aanvoer van de vezels geblokkeerd worden door condensatie van vocht dat verdampt in de side feeder.
- De vezelvolumefractie: speelt een rol bij de stijfheid van het composiet.
- Het koelbad: heeft een negatieve invloed op de waterabsorptie door de pellets maar is hier noodzakelijk om te koelen.
- Omtreksnelheid van de schroef: indien deze te hoog is, zullen de natuurlijke vezels breken en verbranden waardoor de stijfheid van het composiet afneemt. Uiteindelijk zullen zelfs de PP moleculen bezwijken.
- Temperatuurprofiel van de schroef: zal de vezels verbranden indien te hoog ingesteld.

3.3.1 **Proces**

Figuur 17: Leistriz ZSE 18 MAXX en componenten

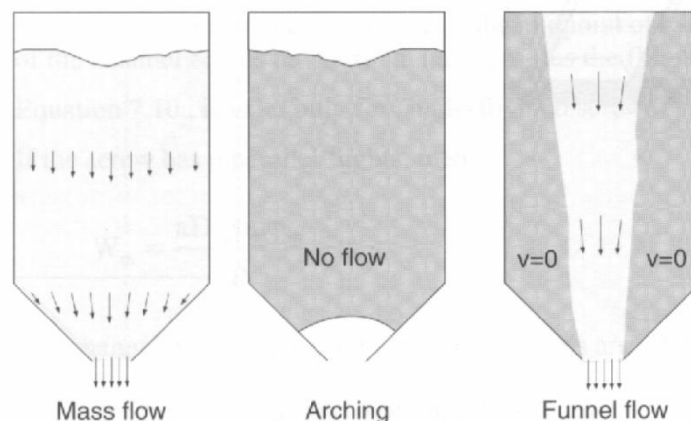
Het matrixmateriaal is PP Daplen EE050AE (Bijlage 1) van Borealis AG (Wenen, Oostenrijk) met een MFI of Melt Flow Index van 11g/10min (bij 230°C en 2,16kg). Het groot vlas is afkomstig van het Algemeen Belgisch Vlasverbond. De gebruikte sizing, MAPP, is 3wt.-% van de totale massa. Dit is een optimale waarde zoals gebleken uit voorgaande testen binnen het project en aangezien de hoge kostprijs, is een lage hoeveelheid mooi meegenomen. Ook de literatuur bevestigt dat dit de optimale concentratie aan sizing is. [29]. Het componderen gebeurt met een Leistriz ZSE 18 MAXX en twee meedraaiende schroeven.

Het compoundeertoestel heeft twee hoppers (Figuur 17 nr. 1) waarin het mengsel van 77wt.-% PP met 3wt.-% MAPP (hopper 1) en het 20wt.-% geroot strovlas (hopper 2) zich bevinden. De percentages worden ingesteld met het recept. In hopper 1 zit 100% van het mengsel PP-MAPP (3,850g PP en 150 g MAPP) wat komt overeen met 3% MAPP op 100% compound met een verhouding 80-20. Deze hoppers werken gravimetrisch of volumetrisch:

- Bij gravimetrisch ingestelde hoppers worden de gewichtsverhoudingen ingegeven en bepaalt het toestel het toerental (RPM of Rotations Per Minute) om deze verhouding constant te houden. Indien er tijdens het productieproces opeens meer korrels in de schroef vallen, zal dit gedetecteerd worden omdat het gewicht sneller afneemt. Hierdoor zal de machine zichzelf bijregelen om de verhouding tussen beide materialen constant te houden.
- Bij volumetrisch ingestelde hoppers wordt het massadebiet (kg/uur) ingegeven en wordt dus een continue schroefsnelheid aangehouden. Achteraf dient de massa te worden afgewogen ter controle. Indien er tijdens het productieproces opeens meer korrels in de schroef vallen, dan zal de machine meer vermogen nodig hebben om het ingestelde debiet aan te houden en kan de samenstelling variëren van de ingestelde methode.

Het doseren is van groot belang omdat via deze weg de verblijftijd in de machine kan worden ingesteld. Een te lage doseringsgraad verhoogt de verblijftijd en de eindtemperatuur. Het doseren zorgt er ook voor dat het vlas en het PP-MAPP mengsel niet op voorhand moeten worden gemengd en dat de schroeven niet overbelast worden.

Het PP en MAPP mengsel wordt via de toevoerinrichting (Eng. *feeder*) naar de schroef gebracht. Hopper 2 heeft een speciaal mengsysteem vanbinnen dat het vlas constant mengt zodat er geen boogvorming of kanaalstroom (Figuur 18) optreedt. Vanuit de hopper vertrekt het vlas vervolgens naar de side feeder.



Figuur 18: Mogelijke stromingen in een hopper [30]

Linksonder op Figuur 17 nr. 1 staat de manometer voor het vacuüm. Via het vacuüm worden dampen afgevoerd die kunnen ontstaan door het vocht in het vlas. Het vocht is afkomstig van de vezels na het drogen die toch nog steeds een klein aandeel aan vocht bevatten en van het vocht dat erbij gekomen is tussen het verblijf in de hopper en tijdens het vallen in de hopper naar de schroef. Figuur 17 nr. 3 geeft het temperereertoestel weer waarop de temperatuur van het koelwater kan ingesteld worden.

Figuur 17 nr. 6 geeft de verwarmingszones van de schroef (grijze bakjes) en de regelkleppen die zorgen voor de koeling (zwarte bakjes) weer. Nummer 4 op dezelfde figuur geeft de temperatuursensoren weer. Er dient te worden opgemerkt dat de vlasvezels beginnen te degraderen vanaf 200°C. Toch moet de temperatuur hoog genoeg zijn om het PP op te smelten. Uitgaande van deze informatie wordt gekozen om met volgend temperatuurprofiel (Tabel 5) te werken:

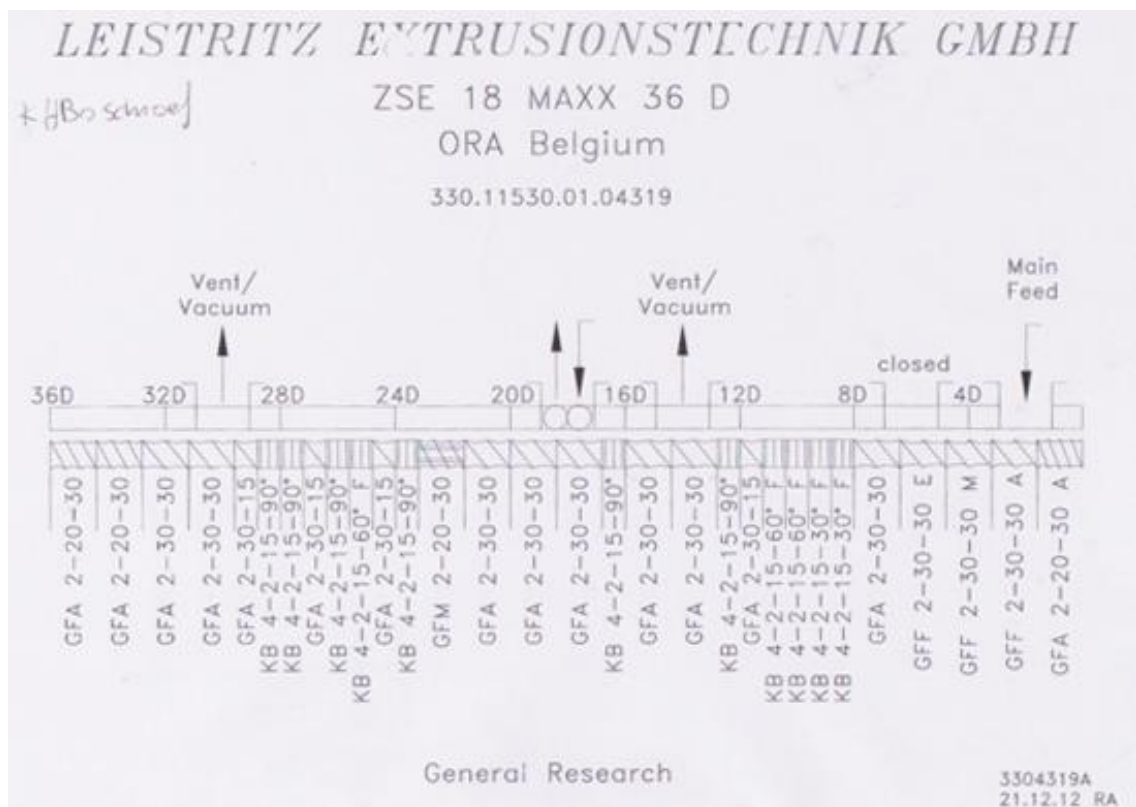
	Temperatuur (°C)
Zone 1	120
Zone 2	150
Zone 3	190
Zone 4	190
Zone 5	190
Zone 6	190
Zone 7	190
Zone 8	190
Zone 9 (matrijs)	190

Tabel 5: Temperatuurprofiel van de schroef

De feeders zorgen voor de toevoer van de materialen in de correcte verhouding naar de schroeven. Deze meedraaiende schroeven zorgen, in tegenstelling tot tegendraaiende dubbelschroefextruders, voor een beperkte drukopbouw en goede mengwerking omdat het materiaal steeds van schroef wisselt waardoor het herhaaldelijk wordt opgedeeld en opnieuw gerangschikt. De meedraaiende dubbelschroefextruder is geen verdringer aangezien de draad van de ene schroef het kanaal van de andere niet afsluit. Het transport gebeurt via een sleepstroom omdat de schroeven overall even diep zijn waardoor het opbouwen van druk moeilijker gaat dan bij een enkelschroefextruder. Door de spoed in de dubbelschroefextruder te verminderen kan een aanvaardbare drukopbouw verkregen worden. De kans dat het polymeer klemloopt tussen twee schroefstukken van verschillende spoed is nihil door een eenvoudigere drukstroom, zowel achterwaarts (verminderd debiet van de zone met grote spoed) als voorwaarts (verhoogd debiet van de zone met kleine of negatieve spoed).

Het cilinderelement heeft een opening waar het PP-MAPP mengsel gevoed wordt, een opening om het gas af te voeren en een opening rond het vierde verwarmingselement om het strovlas toe te voegen aan de smelt. Indien het vlas aan het begin van de extruder samen met het PP-MAPP mengsel gevoed zou worden, dan zouden de vezels nog langer mechanisch belast worden waardoor de vezelbreuk hoger zou zijn. Door de vezels verderop toe te voegen in de extruder, waar het polymeer al gesmolten is, breken de vezels minder.

Een klassieke opbouw van de extruder is als volgt. Vanaf de voedingsopening verkleint de spoed in stappen om compressie op te bouwen. Vervolgens komt een kneedblok bestaande uit kneedschijven om het polymeer te doen smelten. Deze kneedblokken zijn een soort weerstanden die niet in staat zijn om te transporteren. De kneedschijven staan steeds verdraaid geplaatst ten opzichte van elkaar. Aan het eind van het kneedblok wordt een negatief schroefstuk (transporteren het polymeer terug) geplaatst om het kneedblok gevuld te houden. De weerstand van het negatieve schroefstuk is veel groter dan van een kneedblok. Een kneedblok zorgt tevens voor een fijn verdelen door sterke afschuiving (dispersieve menging) terwijl een schroefstuk zorgt voor een distributieve of verdelende werking omdat het druk opbouwt of aflat (negatieve spoed). Daarna is er weer een grote spoed die kleiner wordt waarbij er plaats voorzien is voor het inmengen van de vezels. Dit gebeurt wederom met een kneedblok. Vervolgens wordt nog eens gedeprimeerd om te ontlichten omdat er steeds lucht wordt meegenomen door het vlas. Uiteindelijk neemt de spoed weer af om beter druk te kunnen opbouwen naar de kop toe.



Figuur 19: Compouneerschroef [31]

In Figuur 19 wordt een voorstelling gegeven van één van de twee identieke schroeven in de compouneerlijn. De “D” die telkens vermenigvuldigd wordt met een getal staat voor de diameter van de schroefas en de flens samen. Deze bedraagt 18,5mm en is uiteraard een vaste waarde. In principe kan er een x-as worden geplaatst van rechts (0D) naar links (36D) die de afstand op de schroef weergeeft. Op de figuur worden de delen benoemd met verschillende codes. Het eerste deel slaat op de functie: GFA is de code voor een transportelement, GFM voor een mixing element en KB voor een kneedelement. Bij de beschrijving van een schroef

wordt telkens een van deze drie codes gegeven gevolgd door een aantal getallen die de geometrie van de schroef beschrijven.

Zowel bij de transport- als de mixing elementen komt het eerste nummer overeen met het aantal flenzen. Dit is steeds twee omdat er in dit geval met twee schroeven gewerkt wordt. Het tweede getal beschrijft de spoed (Eng. *pitch*) van de schroef en het derde getal beschrijft de lengte van de schroef.

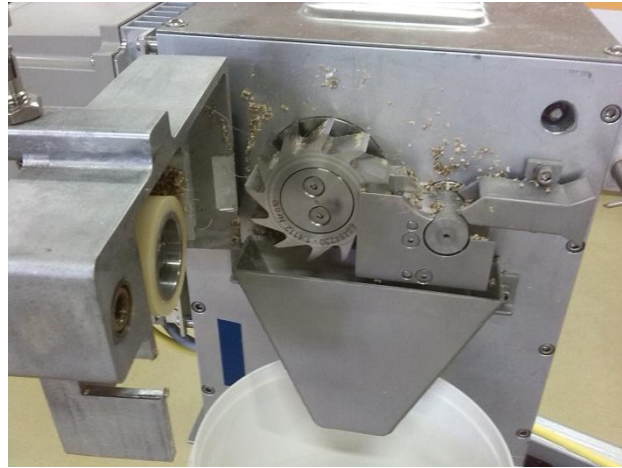
Bij kneedelementen worden er vier cijfers gebruikt voor de schroefbeschrijving. Het eerste getal beschrijft de dikte van de gebruikte kneedschijven. Het tweede beschrijft de flenzen van het kneedelement. Het derde getal beschrijft de lengte van het kneedelement en het vierde getal geeft de hoek aan tussen de kneedschijven. [32]

Uit de matrijs met twee uitgangen van diameter 2,5mm komen continu twee strengen (Figuur 17 nr. 5). Vervolgens worden ze door het koelbad (Figuur 20) geleid en voortgetrokken door de trekeenheid. De perslucht op het einde van het koelbad blaast de streng droog.



Figuur 20: Koelbad met geleidingen

Uiteindelijk worden de strengen gesneden door roterende messen die na de trekeenheid of feed roll komen (Figuur 21). Als de rotor snel draait zullen de vezels korter zijn en omgekeerd. De pas gesneden pellets gaan de oven in op 80°C om te drogen.



Figuur 21: Mes bestaande uit feed roll en rotor

Voor en na het compounderen wordt een staal opgevangen van het vlas en het PP-MAPP mengsel dat uit de hopper komt gedurende 2 minuten (Tabel 6). Dit wordt gedaan ter controle om te kijken of het gewenste vezelvolumepercentage wel gehaald wordt. De variatie op de waarden is te wijten aan de gravimetrisch ingestelde hopper omdat er een gewicht wordt ingegeven en het toestel hierdoor het toerental zal variëren.

	Voor compounderen	Na compounderen
Massa PP-MAPP (g)	124	132
Massa Vlasvezel (g)	34	32
Verhouding (%)	22	20

Tabel 6: Vergelijking fracties voor en na compounderen

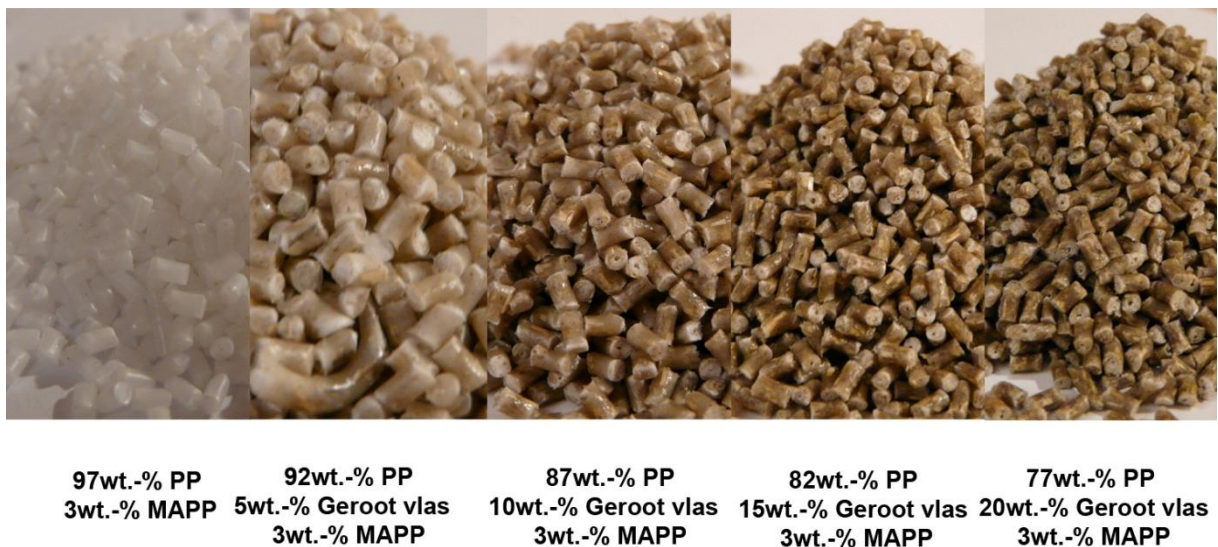
3.3.2 20wt.-% vlasvezels

Eenmaal het proces gestart is, wordt het vezelpercentage geleidelijk verhoogd met stappen van 5wt.-%. De druk in het materiaal gemeten in de matrix met behulp van een sensor (Eng. *meltpressure*) neemt hierbij toe van 25bar bij 5wt.-% vezels tot 37bar bij 20wt.-% vezels (Tabel 7) terwijl de temperatuur van de smelt (Eng. *melttemperature*) ongeveer constant blijft. [33] [30] [34]

Vlas (wt.-%)	5	10	15	20
Melt pressure (bar)	25	27-28	30-31	36-37

Tabel 7: Meltpressure tijdens componderen

In onderstaande figuur wordt het effect visueel weergegeven van de geproduceerde granulaten van links (0wt.-% vlasvezels) naar rechts (20wt.-% vlasvezels). Gedurende het proces wordt namelijk gestart van het PP en MAPP mengsel. Het gewichtspercentage aan vlasvezel wordt dan geleidelijk aan verhoogd met stappen van 5wt.-%.



Figuur 22: Geproduceerde pellets met toenemende vlasvezelvolumefractie

3.3.3 20wt.-% vlasvezels in methyleenblauw (MB) gedrenkt

Om de vezellengte te bepalen (zie verder) worden de vezels gekleurd met een MB-oplossing en gecompoundeerd waaruit de gekleurde granulaten worden verkregen, zoals weergegeven op onderstaande figuur. Op de linkerafbeelding worden de vlasvezels gedurende 2 uur in een MB-oplossing gedrenkt. De rechterfiguur geeft de vezels weer die gedurende 96 uur in de oplossing worden ondergedompeld. Vervolgens worden de gekleurde vezels 24 uur gedroogd op 80°C. Wat meteen opvalt, is het enorme kleurverschil.



2 uur in
methyleenblauwoplossing

96 uur in
methyleenblauwoplossing

Figuur 23: Granulaten met MB gekleurde vezels

Ook opmerkelijk is dat bij het componderen de melt pressure veel lager ligt bij de vezels die 96 uur in de kleurstof verbleven zoals is weergegeven in Tabel 8. Mogelijks werkt het MB als een soort glijmiddel dat de polaire groepen van het cellulose bezet waardoor de hechting met de sizing (en zelfs de matrix) niet meer mogelijk is. In de literatuur [35] wordt methyleenblauw niet beschreven als glijmiddel nog als kleurstof. Om deze theorie te bevestigen worden trekproeven en buigproeven uitgevoerd om het effect op de mechanische eigenschappen te bekijken (zie verder).

Verblijftijd in de MB-oplossing (uur)	0	2	96
Melt pressure (bar)	36	35,5	27

Tabel 8: Meltpressure tijdens componderen met MB gekleurde vlasvezels

3.3.4 20wt.-% vlasvezels in water gedrenkt

Er worden ook vezels gedurende 2 uur in water gedrenkt en 24 uur gedroogd op 80°C.

3.4 Bepalen van het vochtgehalte

De bepaling van het vochtgehalte gebeurt met de HX204 Moisture Analyzer van Mettler Toledo (Figuur 24). Met dit toestel wordt het vochtgehalte (door het drogen met halogeenlampen) en de vochtabsorptie (door het massaverschil veroorzaakt door de vochtopname aan de lucht) opgemeten.



Figuur 24: HX204 Moisture Analyzer

Dit wordt uitgevoerd op:

- De vezels na drogen en voor het componderen.
- De vezels na drogen en na het componderen.
- De granulaten na drogen.

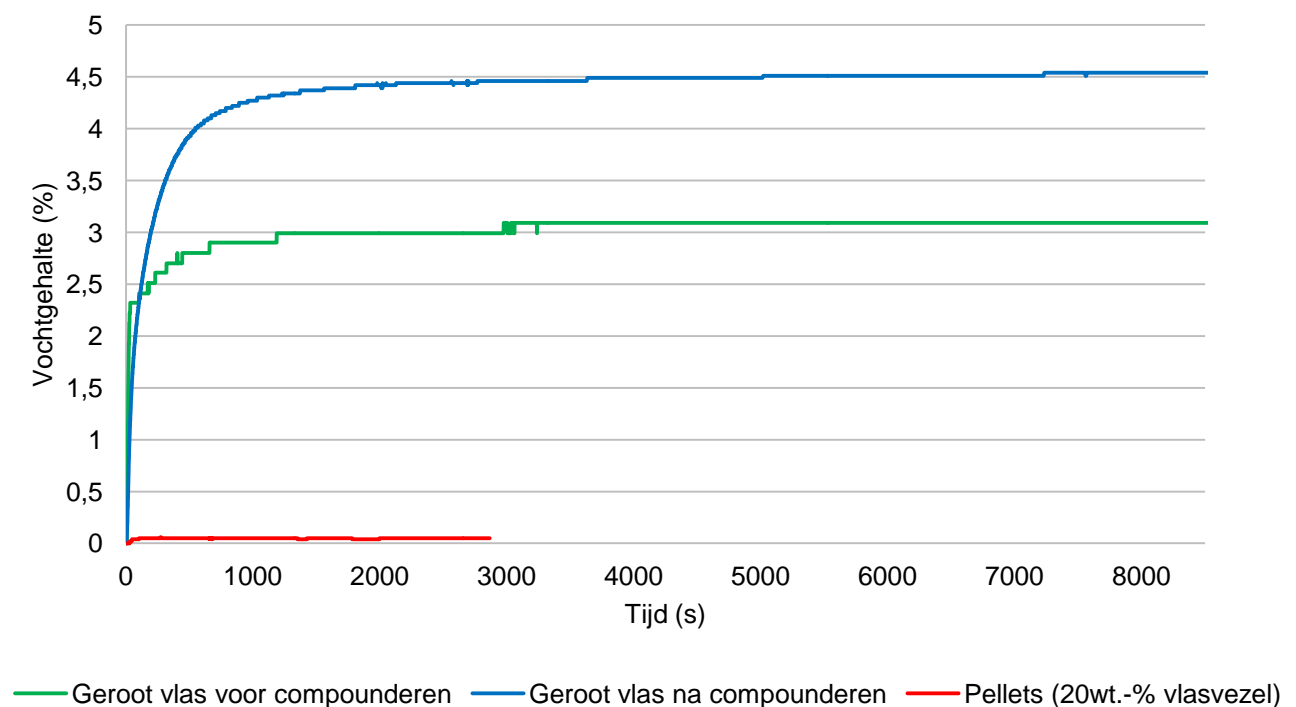
3.4.1 Drogen

Bij deze analyse zal het toestel de vezels drogen. Het vocht dat hierbij verdampt veroorzaakt een massaverschil dat wordt geregistreerd door het toestel. In Figuur 25 wordt dit weergegeven voor het geroot vlas *voor* het componderen, het geroot vlas *na* het componderen dat gedurende de ganse compoudeertijd in de hopper verbleef en vervolgens werd opgevangen en de geproduceerde pellets met 20wt.-% vlasvezel. De vezels worden voor het componderen gedroogd in de Venticell op 80°C en de granulaten op 105°C gedurende 4 uur. Vervolgens worden ze in de exsiccator geplaatst totdat de meting begint.

Een exsiccator of desiccator is een uit glas of kunststof bestaand vat dat is opgedeeld in 2 secties. In het onderste gedeelte wordt een droogmiddel geplaatst (bv. silicagel, natriumhydroxide of calciumchloride) en bovenaan wordt het te drogen materiaal aangebracht gescheiden door een plaat met gaatjes in. Op die manier kan het materiaal op een chemische wijze gedroogd worden. [36]

Uit de metingen wordt besloten dat het geroot vlas voor het componderen nog 3,19% vocht bevat en na het componderen 4,56%. Gedurende het verblijf in de hopper tijdens het componderen wordt er 1,37% vocht opgenomen uit de lucht. De granulaten zelf bevatten nog 0,05% vocht. Het resterende vocht is verdampt in het compoudeerproces aangezien daar steeds temperaturen boven de 100°C worden gehanteerd.

Vochtgehalte van geroot vlas en pellets

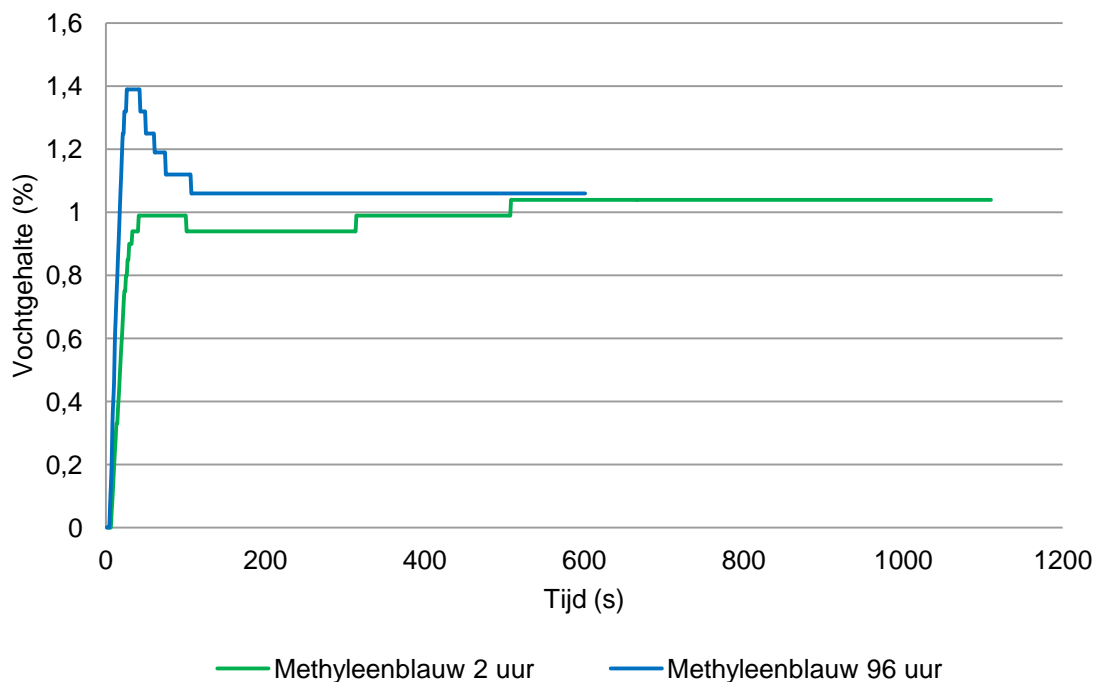


Figuur 25: Vochtgehalte van geroot vlas en pellets

Hoewel uit de grafiek duidelijk wordt dat voordrogen niet echt zo belangrijk is, is het toch noodzakelijk. Tijdens het compounceren wordt het vlas namelijk via een side feeder aan de melt toegevoegd. Onderaan deze side feeder staat een gekoeld blok waardoor het vocht dat vrijkomt in het proces zal condenseren. Dit heeft als gevolg dat het vlas, dat in de side feeder valt, bevochtigd wordt en deze zal verstoppem.

De MB gekleurde vezels worden na drogen op 80°C aan een droogtest onderworpen om de invloed van de kleurstof na te gaan (Figuur 26).

Vochtgehalte van geroot vlas en pellets



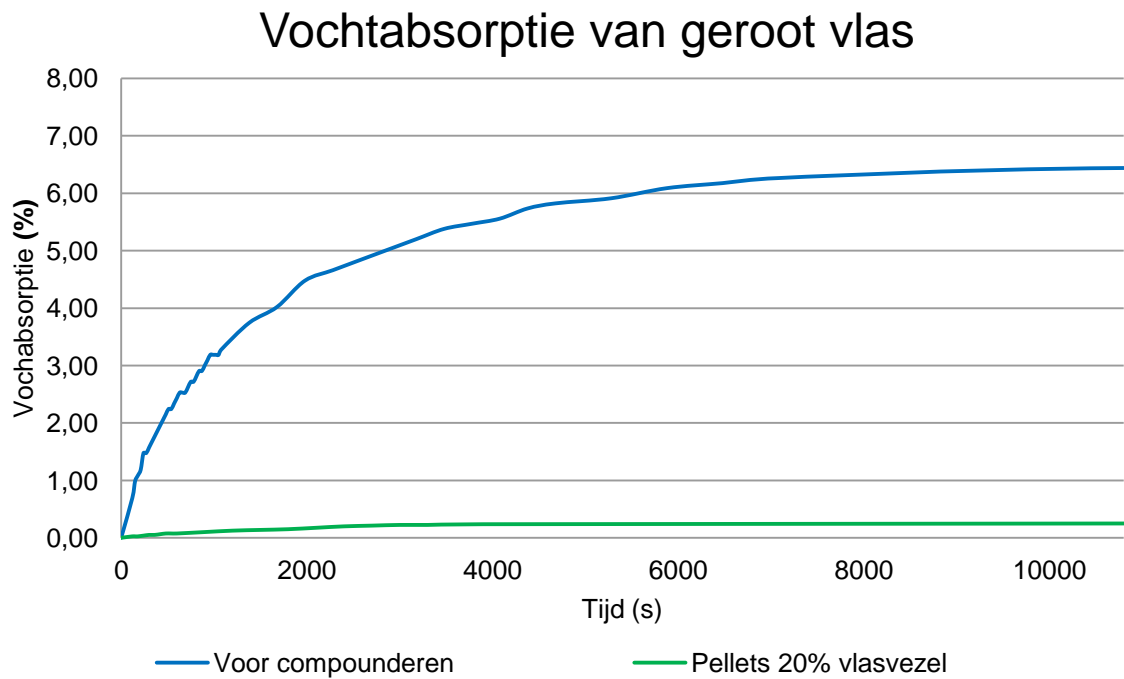
Figuur 26: Vochtgehalte van het gekleurde vlas

Uit de metingen wordt besloten dat de verblijftijd van de vlasvezels in de MB oplossing geen invloed heeft op het vochtgehalte. Bij een verblijftijd van 2 uur is er nog 1,04% vocht aanwezig en bij een verblijftijd van 96 uur nog 1,06%.

Het vochtgehalte is echter wel opmerkelijk lager dan bij de niet gekleurde vlasvezels. De MB gekleurde vezels worden ook veel langer gedroogd aangezien ze uit de oplossing gefilterd worden en dan nog heel vochtig zijn. Een tweede oorzaak ligt in het feit dat het MB de polaire groepen van de vezels bezet met als gevolg dat het water niet meer kan hechten aan de vezels. Dit verklaart het lagere vochtgehalte aanwezig na het drogen van de gekleurde vezels.

3.4.2 Vochtabsorptie

De hoeveelheid vocht dat wordt opgenomen door het vlas na het drogen en voor het componderen of na het drogen en na het componderen (na verblijf in de hopper) wordt in onderstaande grafiek weergegeven (6,4%). De geproduceerde pellets nemen na drogen tussen de 0,3 en 0,4% vocht op uit de lucht.



Figuur 27: Vochtabsorptie van geroot vlas

4 Spuitgieten van de vlascompound

4.1 Het spuitgietproces

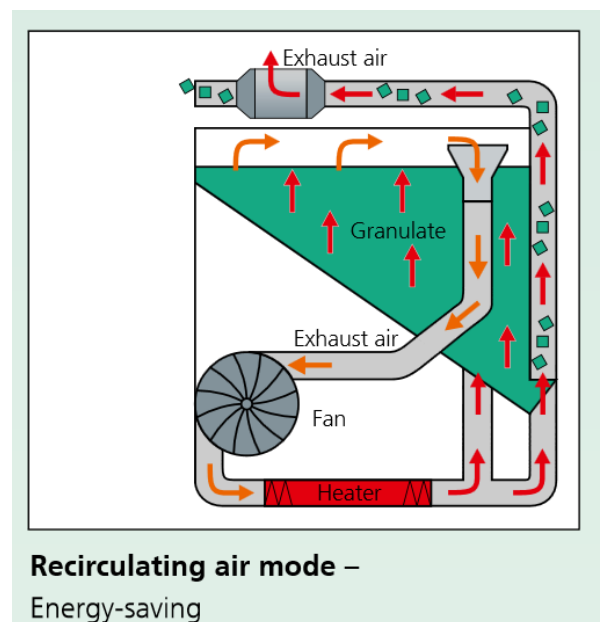
4.1.1 Opstelling

Om de vochtabsorptie door de pellets tot een minimum te beperken tijdens het spuitgieten worden de pellets uit de oven gehaald en meteen in de Thermolift (Figuur 28) gebracht. Dit toestel zorgt voor het drogen en transport van de pellets. Het kan worden ingesteld op bedrijf met circulatielucht of met omgevingslucht. In het eerste geval wordt de drooglucht teruggeleid naar de ventilator. In het tweede geval wordt de drooglucht uitgestoten en wordt door de ventilatormotor telkens opnieuw lucht van buiten aangezogen. Voor de vlasvezelcompound wordt gekozen om te werken met circulatielucht (Figuur 29) omdat het enerzijds energiebesparend is en anderzijds omdat het beter is om de gebruikte lucht te hergebruiken dan om nieuwe lucht aan te zuigen aangezien deze de pellets opnieuw met vocht kan verzadigen.

In het toestel is een Munters luchtdroger aanwezig die enerzijds de lucht droogt waarmee het granulaat wordt behandeld en anderzijds het vocht van de silicagelrotor verwijdert. De silicagelrotor (traag roterend tandwiel) heeft een kern die opgevuld is met een met droogmiddel (bv. silicagel of lithiumchloride) geïmpregneerd materiaal. Het grote contactoppervlak staat garant voor een optimale vochtuitwisseling en de poreuze kern laat de luchtstromen vlot doorheen het materiaal bewegen. Het toestel zal droge lucht doorheen de pellets sturen en deze vervolgens via een darm naar de schroef blazen die rechtstreeks op de spuitgietmachine kan gemonteerd worden ter vervanging van de hopper. Op deze manier kan eventuele vochtopname uitgesloten worden. [37]

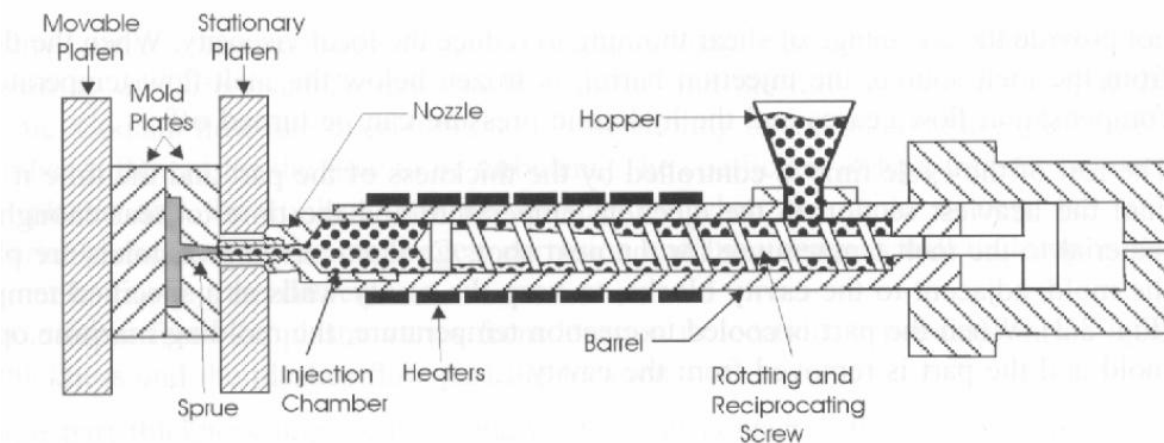


Figuur 28: ARBURG Thermolift



Figuur 29: Principe circulatielucht [55]

De voorgedroogde pellets worden opgewarmd in de plastificeereenheid van de spuitgietmachine totdat deze voldoende vloeibaar zijn om in de matrijs te worden geïnjecteerd. Deze plastificeereenheid bestaat uit een elektrisch verwarmde cilinder waarin zich een schroef bevindt. De opwarming van de pellets gebeurt enerzijds door verwarmingselementen rond de cilinder en anderzijds door de wrijving tussen de moleculen wanneer zij langsheen de schroef van Archimedes geleid worden. Eenmaal opgesmolten wordt de kunststof voor de schroef gebracht door de schroef naar achter te bewegen. Indien er voldoende smelt voor de schroef aanwezig is om de caviteit te vullen, stopt de schroef met draaien en wordt de gesmolten substantie door een voorwaartse beweging van de schroef in de matrijsholte geperst. Deze matrijs heeft de vorm van het te produceren voorwerp. Hier wordt de kunststof opnieuw afgekoeld tot het product vormvast genoeg is om te worden uitgestoten met behulp van de uitstoters (Figuur 30).



Figuur 30: Spuitgietscilinder [33]

Het spuitgieten gebeurt met de ARBURG Allrounder 320S 500-150. Hierbij slaat de 320 op de holmafstand, de 500 op de klemkracht (kN) en de 150 beschrijft de grootte van de injecteereenheid (maximale injecteerdruk maal maximaal injecteervolume).



Figuur 31: ARBURG Allrounder en componenten

Op Figuur 31 nr. 1 wordt de temperereerkast weergegeven. Deze fungeert, in tegenstelling tot de compoundeermachine, als koeling voor de matrijs. De verwarmingsbanden worden hier niet door de temperereerkast op dezelfde temperatuur gehouden, maar door het tijdsverschil tussen de injectie en de nadruk zullen deze, indien nodig, terug koelen naar de ingestelde temperatuur. Hierdoor krijgen deze de kans om te koelen zodat ze steeds op dezelfde temperatuur gehouden worden. Figuur 31 nr. 2 geeft de Priamus weer die gebruikt wordt om de signalen van de druk- en temperatuursensoren binnen te lezen en vervolgens naar de computer te versturen. [33] [38]

4.1.2 Het krimpgedrag van vezelge vulde materialen

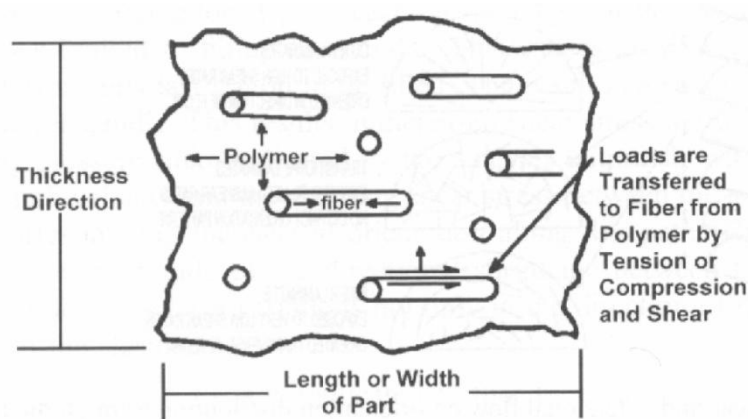
Het krimpgedrag van de kunststofsmelt tijdens het spuitgieten wordt sterk beïnvloed door de vezels in de kunststofsmelt. Dit kan verklaard worden door de asymmetrische natuur van de vezels die het krimpen van de kunststof in de vezelrichting voorkomt. De vezeloriëntatie zorgt voor een anisotroop krimpgedrag dat veel sterker optreedt dan bij zuivere kunststoffen.

De grootste krimp treedt altijd loodrecht op de vezel zowel voor amorf als voor semi-kristallijne materialen. Dus bij mooi uitgelijnde vezels zal er een sterke vermindering zijn van de krimp volgens de richting van de vezels en slechts een kleine vermindering van de krimp in de richting loodrecht op de vezels.

De krimp van vezelge vulde materialen hangt af van de graad van oriëntering bepaald door het proces, de afmetingen van het onderdeel en de aanspuitlocatie(s). De afwijkingen in lineaire krimp zijn afhankelijk van het soort kunststof en het vezelvolumepercentage.

Bij een sterke binding tussen de kunststof en de vezel zal de krimp van de kunststof volgens de vezelrichting afnemen door zijn hoge stijfheid. De oriëntatie van de vezels zorgt voor een verhoogde stijfheid en sterkte in het materiaal. Het zorgt ook voor een vermindering van de krimp ten gevolge van de binding tussen de kunststof en het vezelmateriaal.

Figuur 32 toont aan hoe de vezelversterking het krimpen van de kunststof voorkomt volgens de vezelrichting. Door de goede hechting tussen kunststof en vezel zullen er spanningen ontstaan vanaf het moment dat de kunststof begint af te koelen. Hierdoor worden de vezels belast met een drukspanning omdat de vezels met hun hoge stijfheid geen vervorming in de langsrichting toelaten en de matrix wordt belast met een trekspanning. Aangezien er bijna geen vezels gericht zijn volgens de dikterichting zal er ook geen effect in de dikterichting optreden door de vezels in de kunststofsmelt. Het grootste deel van de volumetrische krimp gebeurt echter volgens de dikterichting bij een spuitgegoten deel. De vezeloriëntatie en het krimpgedrag van een vezelge vuld materiaal verandert als functie van de stromingsrichting, wanddikte en procesvariabelen. [33]



Figuur 32: Invloed van de vezels op de krimp van kunststoffen [33]

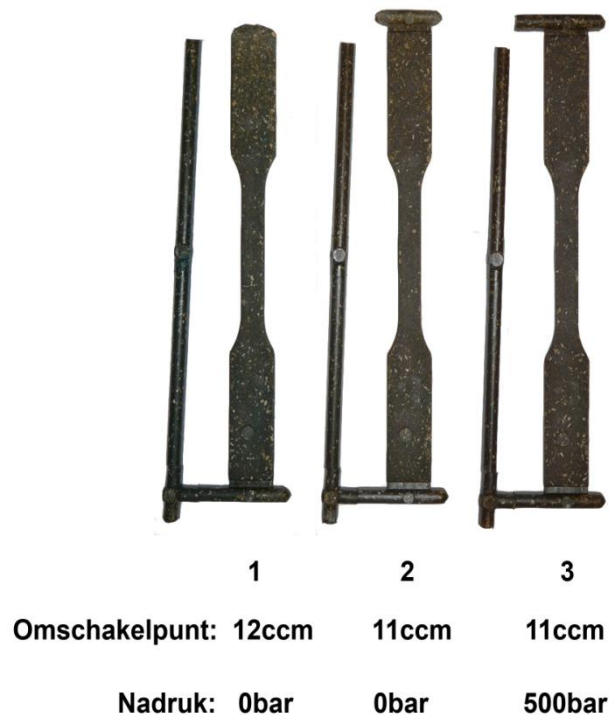
4.2 Trekstaven

4.2.1 Parameters bij het spuitgieten van een trekstaaf

De parameters (Bijlage 2) worden overgenomen uit eerder uitgevoerde experimenten binnen het FlaxHemPlast-project. De trekstaven worden aangespoten met een filmaanspuiting. Hierbij gaat de kunststof vanuit de aanspuitkegel (Eng. *Sprue*) via een runner naar de gate waarna de kunststof in de holte stroomt. Voordat de kunststof de gate betreedt is er een koude propvanger (Eng. *cold-slug well*).

Bij aanvang van het spuitgieten wordt de nadruk op het minimum ingesteld (25bar) zodat er enkel snelheidsgestuurd geïnjecteerd wordt. Tevens wordt een doseervertraging ingesteld van 10s. Hierbij wordt er telkens 10 seconden gewacht na het injecteren en voor het doseren. Dit is nodig omdat er anders tijdens het doseren nog meer materiaal in de matrijs wordt gedrukt (de aanspuiting is nog niet dicht).

De omtreksnelheid van de schroef wordt ingesteld op 40m/min want bij de maximale waarde (78m/min) worden de moleculen van de kunststof beschadigd. De decompressie is nodig om de schroef na het doseren over een ingestelde afstand naar achter te laten bewegen. Hierdoor zal er een drukvermindering in de neus optreden. Het decompressievolume mag niet lager worden ingesteld dan 5ccm, anders treedt het “druipneus”-effect op en loopt de kunststof uit de neus. De stuwdruk zorgt voor een tegendruk bij het doseren en moet op 0bar staan omdat de doseertijd van het vlas/PP composiet redelijk hoog is. Indien de stuwdruk te laag (negatief) staat ingesteld kan er lucht in de smelt komen of kan dit een slechte menging veroorzaken. Bij een te hoge stuwdruk loopt de kunststof tijdens en na het doseren uit de neus. De totale koeltijd wordt weergegeven als de som van de nadruktijd en de restkoeltijd.



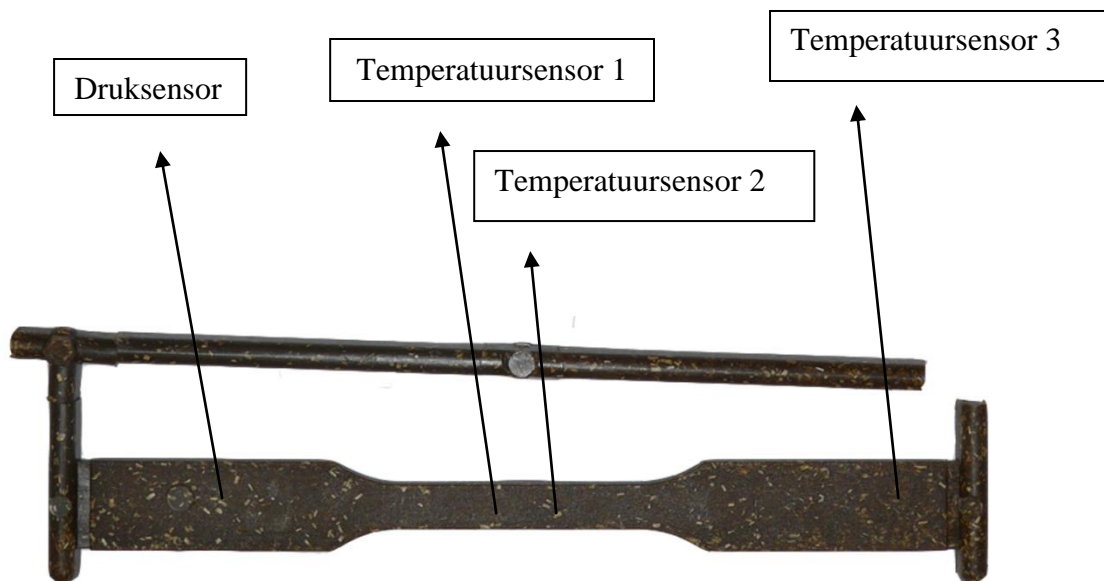
Figuur 33: Bepaling van het omschakelpunt en de nadruk

De bepaling van het omschakelpunt en de nadruk wordt uitgelegd aan de hand van de virgin compound (20wt.-% vlasvezel). Door het omschakelpunt te verlagen krijgt de trekstaaf meer zijn correcte vorm en kan er bij trekstaaf 3 een nadruk worden ingesteld. Het nadrukken moet echter gebeuren wanneer de matrijs nog niet volledig gevuld is. Deze wordt gekozen aan de hand van de gemiddelde injecteedruk (777bar). In theorie dient de nadruk 80% te zijn van de injecteedruk. Na overleg wordt de nadruk ingesteld op 500bar. De vertraging wordt teruggebracht naar 0s en de nadruktijd naar 10s. De doseertijd bij trekstaaf 3 in Figuur 33 bedraagt 5,05s met een cyclustijd van 35,71s.

Het doseervolume bedraagt 37ccm en het omschakelpunt ligt op 11ccm, dus wordt er 26ccm geïnjecteerd. Voor de nadruk wordt nog eens 5ccm gebruikt en dan blijft er een kleine 6ccm voor de schroef. Voor een trekstaaf is er dus 31ccm aan virgin compoundmelt nodig. [38]

4.2.2 Sensoren

In de matrijs bevinden zich tal van sensoren (Figuur 34) waarmee de temperatuur en de druk op een bepaalde plaats in de matrijs kan worden weergegeven als functie van de tijd. Bij de trekstaafmatrijs bevinden al de sensoren zich aan de spuitgietzijde van de matrijs. Hierdoor kan een vergelijking worden gemaakt met de ASMI software.

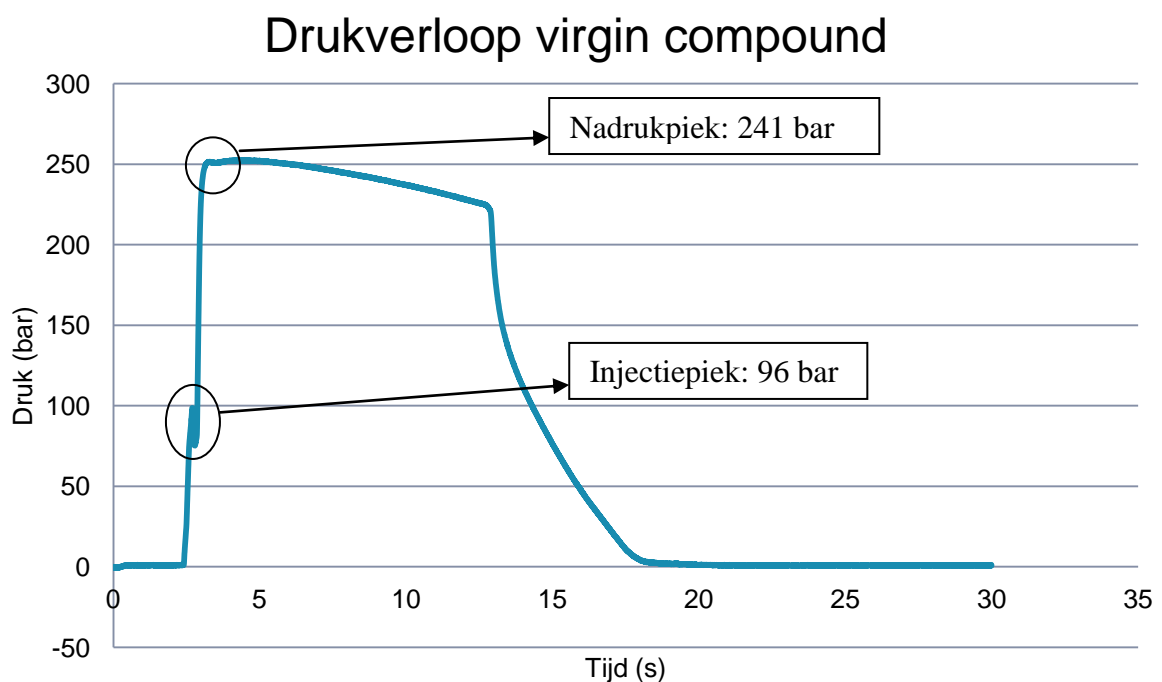


Figuur 34: Druk- en temperatuursensoren in de trekstaafmatrijs

Bij de productie van de trekstaven met de instellingen zoals de derde trekstaaf op Figuur 33 worden de druk en temperaturen opgemeten in de matrijs. Onderstaande tabel geeft de gemiddelde parameters weer van een reeks trekstaven:

	Trekstaven			
	Virgin PP	Virgin compound	MB 2h	MB 96h
Injectietijd	0,85 s	0,99 s	0,99 s	0,99 s
Injectiedruk	662 bar	777 bar	752 bar	626 bar
Einde injectiepunt	5,267 ccm	6,076 ccm	6,043 ccm	5,680 ccm
Doseertijd	3,5 s	4,7 s	4,7 s	4,8 s
Cyclustijd	45,18 s	35,66 s	35,62 s	35,60 s
Injectiedruk	71 bar	96 bar	95 bar	84 bar
Nadruk	235 bar	241 bar	256 bar	275 bar

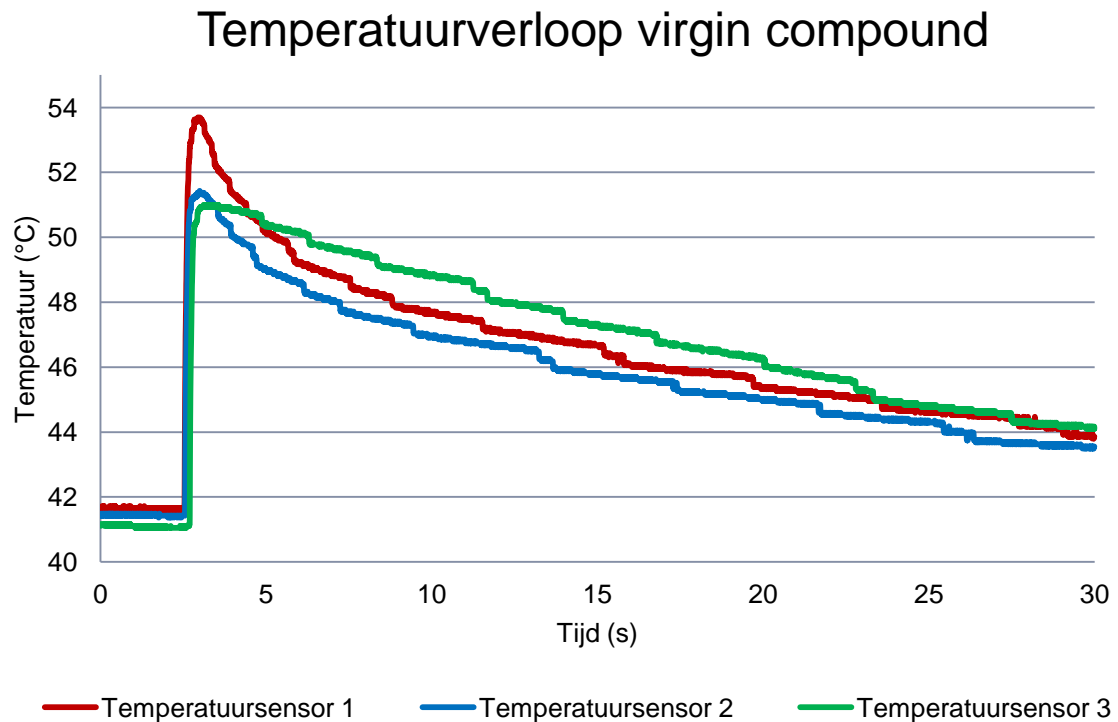
Tabel 9: Parameters bij reeksmetingen van trekstaven



Figuur 35: Drukverloop opgemeten met sensor in de matrijs voor de virgin compound

Figuur 35 geeft het drukverloop weer dat opgemeten werd met behulp van de sensor in de matrijs. Hierop zijn de injectie- en nadrukpiek duidelijk weergegeven. Deze komen helemaal niet overeen met de ingestelde drukken. Dit komt omdat de ingestelde waarden op de machine de hydraulische druk weergeven en de waarden afgelezen van de computer zijn afkomstig van de druksensoren in de matrijs.

Figuur 36 geeft het temperatuurverloop weer. Hierop is duidelijk de temperatuurstoename zichtbaar bij injectie van de kunststof voor de drie sensoren. Vervolgens zal het stuk koelen en zal de temperatuur naar de matrijstemperatuur (40°C) toe bewegen. De relevantie van deze grafiek ligt hem in de mogelijkheid tot het zien of de afkoeltijd voldoende is.



Figuur 36: Temperatuurverloop opgemeten met sensoren in de matrijs voor de virgin compound

4.2.3 MB gekleurde vezels

Voor het MB 2h ligt het omschakelpunt op 11ccm, de injecteedruk bedraagt 752bar en de nadruk wordt ingesteld op 500bar. Voor het MB 96h ligt het omschakelpunt op 11ccm, de injecteedruk bedraagt 626bar en de nadruk wordt ingesteld op 475bar. Uit Tabel 9 wordt besloten dat de opgemeten spuitgietsparameters voor de virgin compound en het MB 2h zeer goed overeenkomen. Het MB 96h vertoont echter een duidelijke afwijking.

4.3 Vierkante plaatjes

De plaatjes (Figuur 37) werden spuitgegoten in het VKC te Kortrijk met het vlasvezelgevulde (20wt.-%) PP. Deze plaatjes trekken krom en moeten een warmtebehandeling ondergaan om resterende spanningen uit het plaatje te verwijderen. De tabel in bijlage 3 geeft de spuitgietparameters weer van de plaatjes zonder vlasvezels en bijlage 4 geeft de spuitgietparameters weer van de plaatjes met vlasvezels. Hierbij wordt opgemerkt dat met de 'set' die op de datasheet staat, verwezen wordt naar de maximale waarde. Zo wordt met bv. injection pressure (set) de maximaal toelaatbare injecteedruk bedoeld terwijl met de injection pressure (measured) de ingestelde injecteedruk op de machine wordt bedoeld. De plaatjes worden aangemaakt met 1mm en 2mm dikte. Deze vierkante plaatjes worden niet aangespoten met een puntaanspuiting, maar met filmaanspuiting van 8mm op een van de zijden van het plaatje.

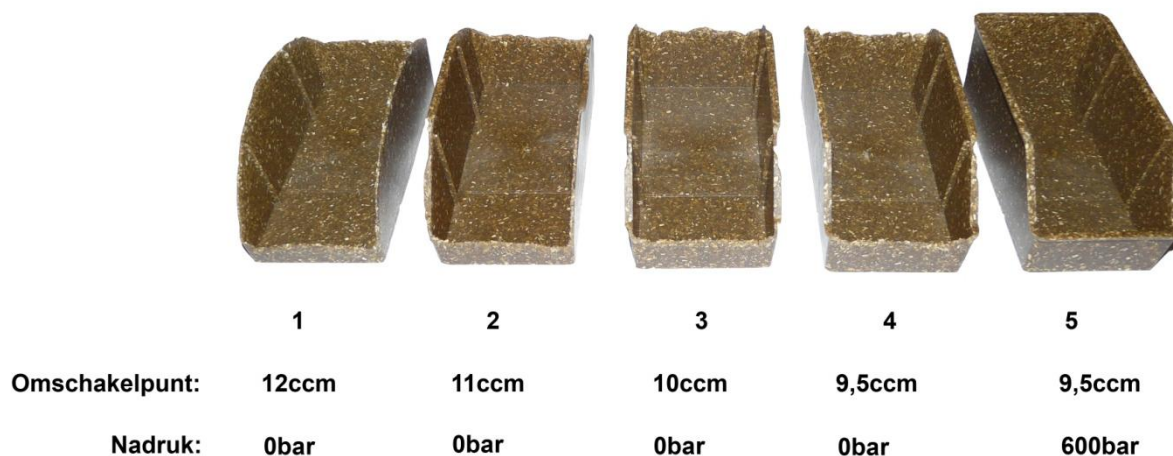


Figuur 37: Vlasvezelversterkt plaatje

4.4 Proefbakje

4.4.1 Parameters bij het spuitgieten van een proefbakje

Bijlage 5 geeft de parameters weer die gebruikt worden om de proefbakjes te spuitgieten. De parameters worden overgenomen uit eerder uitgevoerde experimenten binnen het FlaxHemPlast-project. Het proefbakje wordt aangespoten met een aanspuitkegel.



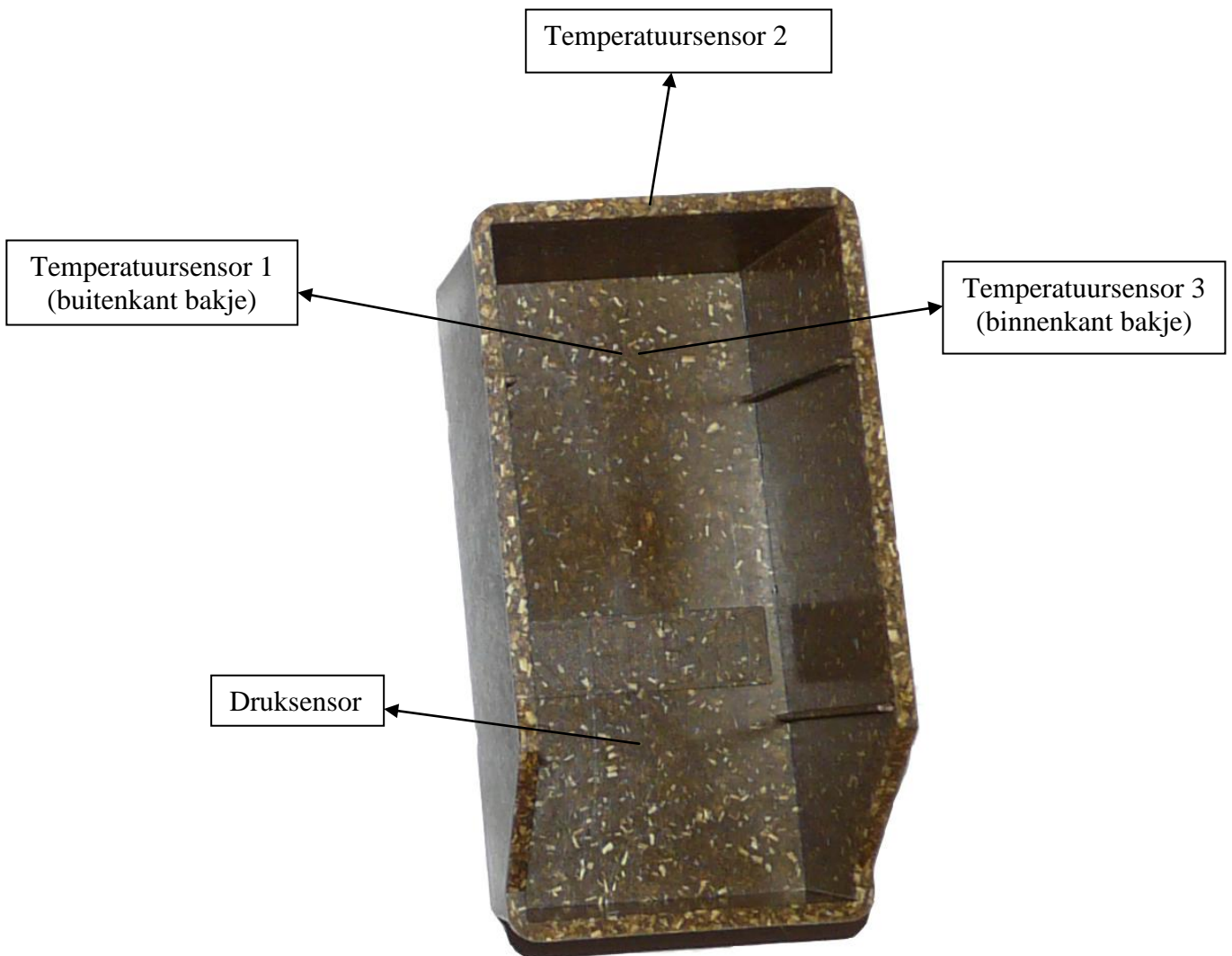
Figuur 38: Bepaling van het omschakelpunt en de nadruk

Indien het omschakelpunt op 12ccm ligt, merkt temperatuursensor 2 slechts een kleine verandering op in vergelijking met de andere twee sensoren. Dit komt omdat de kunststof niet tot aan de sensor komt zoals te zien is in Figuur 38 bakje 1. Hierbij ligt de injectiepiek op 66bar en is er geen nadrukpiek. Door het omschakelpunt te verlagen krijgt het bakje meer zijn correcte vorm en kan er bij bakje 5 een nadruk worden ingesteld. Deze wordt gekozen aan de hand van de gemiddelde injecteedruk (819bar). In theorie dient de nadruk 80% te zijn van de injecteedruk. Na overleg wordt de nadruk ingesteld op 600bar. De vertraging wordt teruggebracht naar 0s en de nadruktijd naar 10s. De doseertijd bij bakje 5 in Figuur 38 bedraagt 3,99s met een cyclustijd van 45,22s.

Het doseervolume bedraagt 32ccm en het omschakelpunt ligt op 9,5ccm, dus wordt er 22,5ccm geïnjecteerd. Voor de nadruk wordt nog eens 5,5ccm gebruikt en dan blijft er 4ccm voor de schroef. Voor een bakje is er dus 28ccm aan PP/vlas melt nodig.

4.4.2 Sensoren

In de matrijs bevinden zich tal van sensoren (Figuur 39) waarmee de temperatuur en de druk op een bepaalde plaats in de matrijs kan worden weergegeven als functie van de tijd. Hierdoor kan een vergelijking worden gemaakt met de ASMI software.

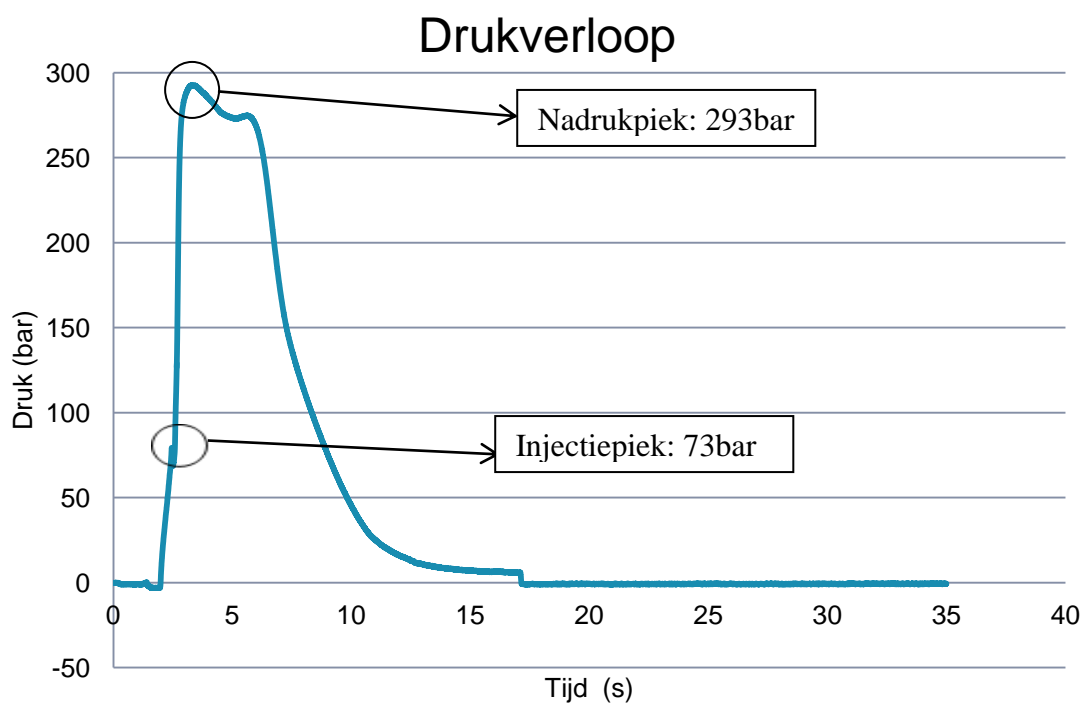


Figuur 39: Druk- en temperatuursensoren in de bakjesmatrijs

Bij de productie van de bakjes met de instellingen zoals het vijfde bakje in Figuur 38 worden de druk en temperaturen opgemeten in de matrijs. Onderstaande tabel geeft de gemiddelde parameters weer van een reeks proefbakjes:

	Proefbakje
Injectietijd	0,8 s
Injectiedruk	819 bar
Einde injectiepunt	4,051 ccm
Doseertijd	3,5 s
Cyclustijd	45,26 s
Injectiedruk	73 bar
Nadruk	293 bar

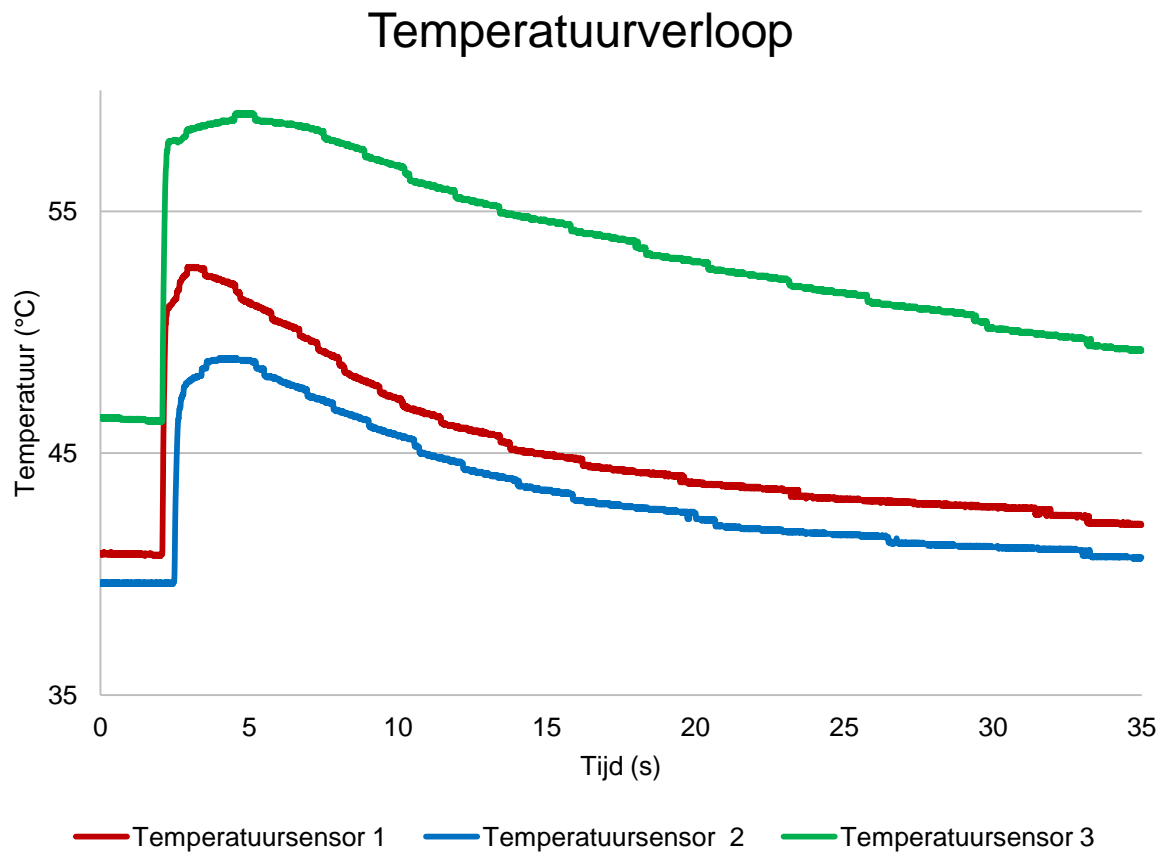
Tabel 10: Parameters bij reeksmetingen van proefbakjes



Figuur 40: Drukverloop opgemeten met sensor in de matrijs

Figuur 40 geeft het drukverloop weer dat opgemeten werd met behulp van de sensor in de matrijs. Hierop zijn de injectie- en nadrukpiek duidelijk weergegeven.

Figuur 41 geeft op zijn beurt het temperatuurverloop weer. Hierop is duidelijk de temperatuurstoename zichtbaar bij injectie van de kunststof voor de drie sensoren. Vervolgens zal het stuk koelen en zal de temperatuur naar de matrijstemperatuur (40°C) toe bewegen. De derde temperatuursensor geeft een opmerkelijk hogere temperatuur weer dan de andere twee omdat deze derde sensor aan de binnenkant van het bakje zit en aangezien de kern trager koelt zal de temperatuur hier hoger zijn. Temperatuursensor 2 die achteraan het bakje zit zal het laatst bereikt worden door de kunststof en zal daarom de laagste temperatuur van de drie sensoren weergeven.



Figuur 41: Temperatuursverloop opgemeten met sensoren in de matrijs

5 **Mechanische performantie van de compound**

In dit hoofdstuk worden de mechanische eigenschappen van de compound met behulp van talloze experimenten aan banden gelegd.

Het doel van de trekstijfheid of trekmodulus is het bepalen van de gemiddelde eigenschappen door de volledige dwarsdoorsnede.

Het doel van de buigstijfheid of buigmodulus is het bepalen van de stijfheid tussen de kernlaag en de twee oppervlaktelagen. De twee oppervlaktelagen zijn amorf door de snelle koeling ervan. Er ontstaat namelijk een frozen layer wat inhoudt dat de kunststof meteen vastvriest bij contact met koude matrix. Het midden is kristallijn door de trage koeling.

Het doel van de torsieproef is om de glijdingsmodulus of schuifmodulus (G) te bepalen. Deze toont aan wat het gevolg is van het aanbrengen van een schuifspanning op het materiaal.

5.1 Trekproef

De trekproef wordt uitgevoerd met de Instron 3345 trekbank volgens de ISO 527 norm. Bij aanvang moeten de proefstaven één voor één opgemeten worden met de schuifmaat. De breedte en de dikte van een proefstaaf zijn zeer belangrijk omdat ze bepalend zijn voor de doorsnede. Proefstaven met een kleinere doorsnede zullen sneller breken aangezien de spanningen bij eenzelfde trekkracht veel groter zijn. Gedurende de proef worden de hoogte en breedte van de corresponderende proefstaaf ingegeven in de computer. Deze zal op zijn beurt de begindoorsnede van de proefstaaf berekenen.

De trekstaaf wordt zodanig ingeklemd dat het middenstuk van de staaf tussen de twee klemmen zit zoals aangegeven op Figuur 42. Links: voor de trekproef en rechts: na de trekproef. Gedurende de trekproef wordt met een snelheid van 5mm/min getrokken aan de trekstaaf tot breuk.



Figuur 42: Opstelling van de trekproef

Het toestel registreert de verlenging die optreedt en de benodigde kracht om het staafje uit elkaar te trekken. Met deze informatie wordt door de software een spanning-rekdiagram (Figuur 43) opgesteld. Op dit diagram wordt de spanning σ (berekend uit de gemeten trekkracht en doorsnede) uitgezet tegen de relatieve rek ε (verplaatsing of verlenging als percentage van de oorspronkelijke lengte). Na elke meting worden de trekkracht en de trek lengte steeds gereset. [25]

$$\varepsilon = \frac{\Delta L}{L_0} * 100$$

met:

ε : de rek (%)

ΔL : de uitrekking gedurende de proef (mm)

L_0 : de beginlengte (mm)

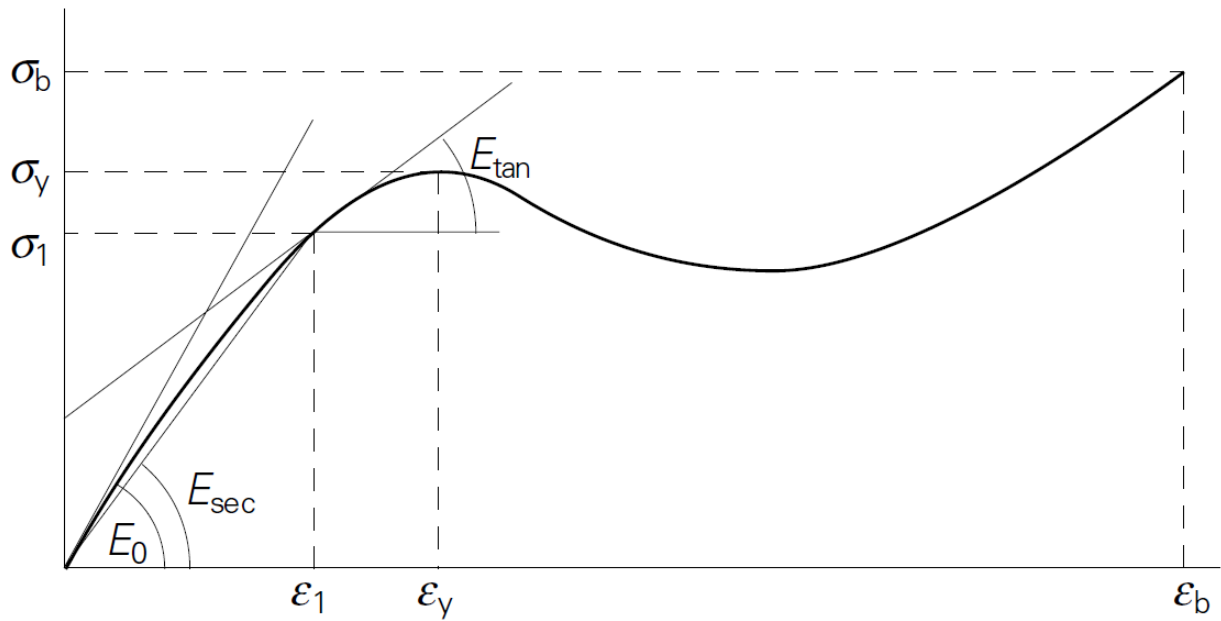
$$\sigma = \frac{F}{A_0}$$

met:

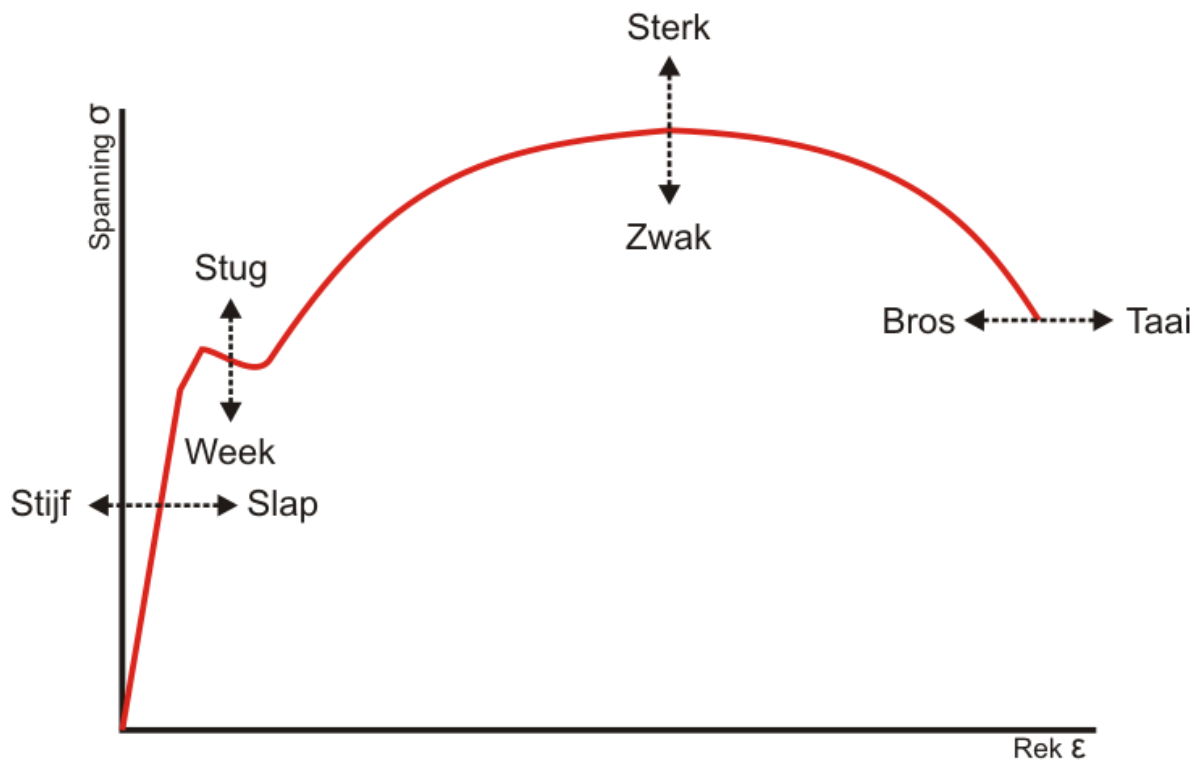
σ : de spanning (N/mm²)

F: de trekkracht (N)

A₀: de begindoorsnede van de proefstaaf (mm²)



Figuur 43: Schematische weergave van een spanning-rekdiagram [25]



Figuur 44: Materiaaleigenschappen gekoppeld aan een spanning-rekdiagram [40]

Het totale oppervlak aanwezig onder deze curve (Figuur 44) is de benodigde energie per volume-eenheid om de proefstaaf te breken. Deze energie is een maat voor de taaiheid.

De elasticiteitsmodulus of E-modulus is de helling van het eerste deel van de curve dat bij benadering recht is. Indien er reeds van bij het begin een gekromde lijn optreedt, dan geldt:

$$E = \frac{d\sigma}{d\varepsilon} \text{ met } \varepsilon = 0. \text{ Bij een normaal verloop geldt } E = \frac{\sigma}{\varepsilon}.$$

De elasticiteitsmodulus is een maat voor de stijfheid van het materiaal. Een materiaal met een hoge E-modulus is een *stijf materiaal* en een materiaal met een lage E-modulus is een *slap materiaal*.

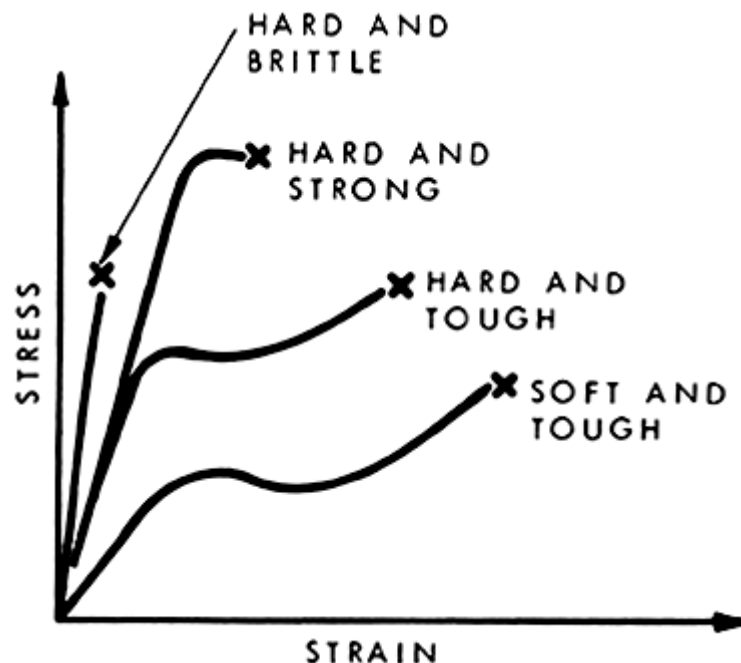
De secant modulus ($E_{\text{secant } 0,2\%}$) geeft de helling weer van de rechte van de oorsprong tot 0,2% rek op de trek-tek curve.

De maximum tensile stress is een maat voor de spanning en de tensile extension at break is een maat voor de rek waarbij het materiaal bezwijkt. De maximum tensile stress wordt ook de bezwijkspanning genoemd, dit is de maximale spanning in de omgeving van het elastische gebied. Voorbij de bezwijkspanning zullen de ketens niet meer terug keren naar hun oorspronkelijke positie waardoor het materiaal lokaal plastisch zal vervormen en de proefstaaf gaat insnoeren. Nadat de insnoering is uitgegroeid, zal de spanning opnieuw stijgen tot er breuk optreedt. Dit wordt uitgedrukt door de maximum tensile stress en tensile strain at break.

Om de nominale spanning te berekenen wordt gebruik gemaakt van de begindoorsnede van de proefstaaf (A_0). Dit komt niet volledig overeen met de werkelijkheid aangezien de doorsnede van de proefstaaf tijdens het rekken voortdurend wijzigt.

Een kleine verlenging resulteert in een elastische (tijdelijke) vervorming en een grotere verlenging resulteert in een plastische (blijvende) vervorming. De grenswaarde van de spanning waarbij de elastische vervorming overgaat in een plastische wordt de elasticiteitsgrens genoemd. Een materiaal met een hoge elasticiteitsgrens is een *stug materiaal* en een materiaal met een lage elasticiteitsgrens wordt een *week materiaal* genoemd.

Na het bereiken van de maximale treksterkte begint de staaf in te snoeren. Materialen met een hoge treksterkte worden *sterk* genoemd en materialen met een lage treksterkte worden *zwak* genoemd. Uiteindelijk breekt de proefstaaf bij het bereiken van de breukrek. Materialen met een hoge breukrek zijn *taai* en materialen met een lage breukrek zijn *bros*.



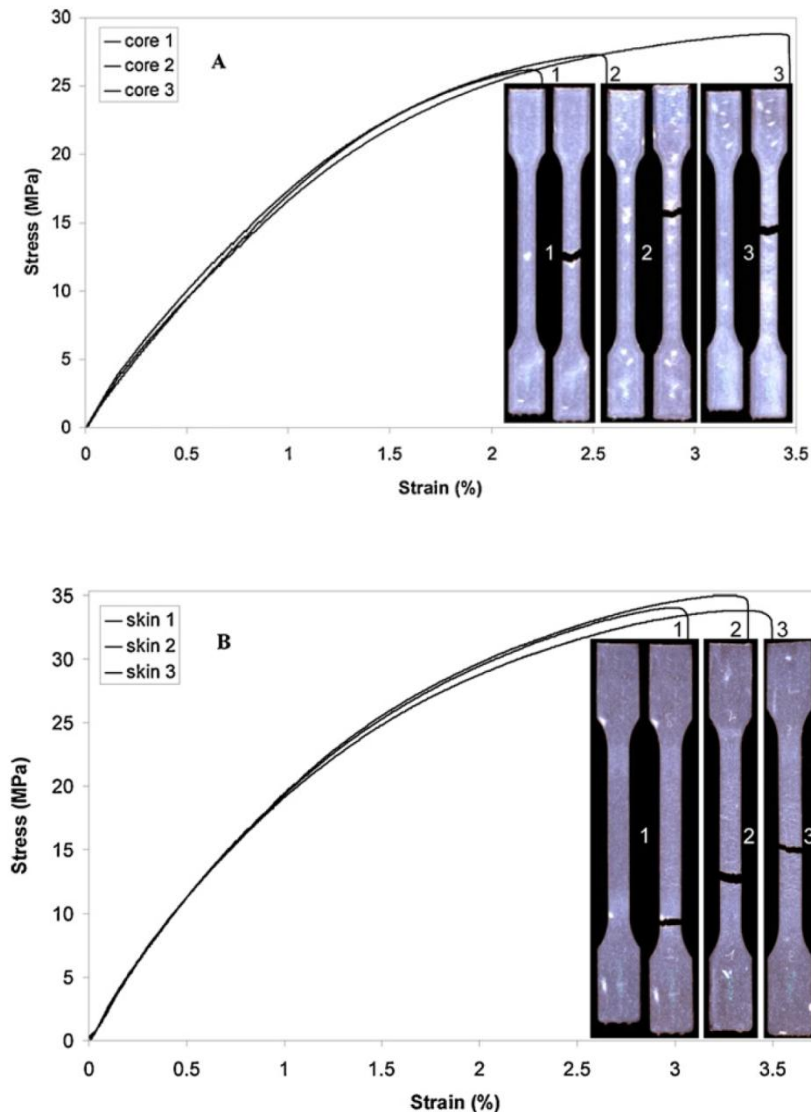
Figuur 45: Spanning-rekdiagram voor 4 types polymeren [41]

Uit Figuur 45 wordt duidelijk dat hoe minder plastische deformatie aan de breuk voorafgaat, hoe brosser de breuk is. Bij een volledig brosse breuk treedt de breuk op zonder enige plastische deformatie. Bij een taai breuk is er in de buurt van de breuk plastische deformatie opgetreden en is er een sterke insnoering.

In deze masterproef worden de secant modulus ($E_{\text{secant } 0,2\%}$), de maximale treksterkte (Eng. *maximum tensile stress*) en de verlenging bij breuk (Eng. *tensile extension at break*) opgemeten.

Verwachtingen:

De literatuur toont aan wat men kan verwachten bij een trekproef met een PP/vlasvezel trekstaaf.

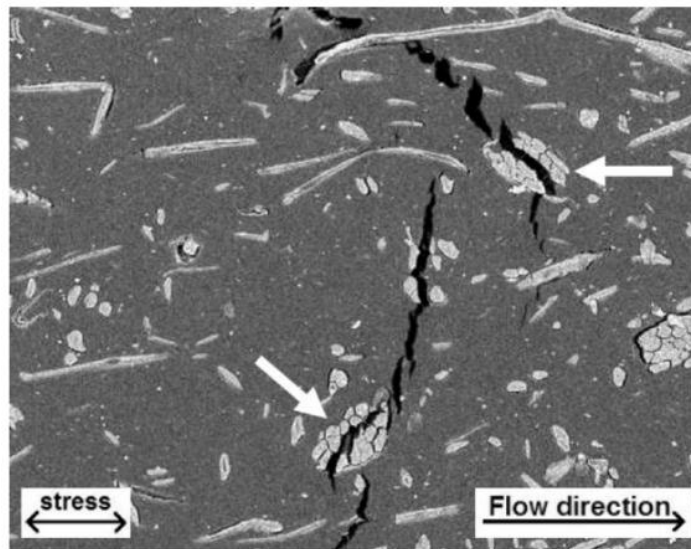


Figuur 46: Spanning-rekdiagram van de PP/vlasvezel kern (A) en huid (B) en overeenkomende scans [42]

Bovenstaande figuur toont enkele uitgevoerde trekproeven waarbij het specimen zowel voor als na de trekproef werd gescand. Hieruit wordt duidelijk dat er veel vezelbundels aanwezig zijn in de kern. De trek-rek curve toont aan dat hoe groter deze bundels zijn, hoe sneller breuk optreedt in het composiet. De stalen 1 en 2 op de figuur A vertonen merkbaar meer van deze bundels met als gevolg dat er een premature breuk optreedt, in tegenstelling tot staal 3. De huid van de trekstaven vertonen echter minder van deze bundels, de vezels zijn hier met andere woorden meer dispers verdeeld. Dit komt door de shear rate aan de wand van het stuk. Aangezien de stijfheid voor zowel de huid als de kern geen verschil toont, heeft de

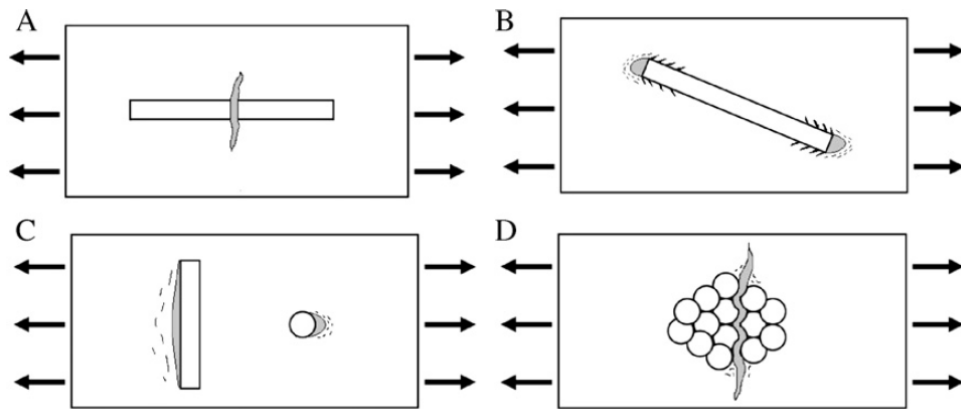
aanwezigheid van deze bundels hierop aldus geen invloed. Aan de andere kant is er wel een afname van de andere mechanische eigenschappen zoals de treksterkte en de rek bij breuk.

De ware toedracht van deze bundels wordt duidelijk na het opnemen van een SEM of Scanning Electron Microscope van een PP/vlasvezel trekstaaf onder belasting (Figuur 47). De vezelbundels worden mogelijk gemaakt door de aanwezigheid van het pectine. Gedurende het uitvoeren van de trekproef treden er microbreuken op in deze vezelbundels. Hierdoor wordt het composiet zwakker en meer gevoelig aan breuk. Dit toont het belang aan van een goede verdeling van de vezel in de matrix om een composiet te bekomen met de best mogelijke eigenschappen en een minimale hoeveelheid aan vezelbundels. Om het aantal bundels te reduceren is het noodzakelijk om een doeltreffend rotingsproces uit te voeren. Als besluit kan gesteld worden dat de vezelbundels verzwakte plaatsen in de trekstaaf creëren en bijdragen tot initiatie van de breuk.



Figuur 47: SEM opname van een PP/vlasvezel trekstaaf onder belasting [42]

Bij PP/vlasvezel composieten kunnen volgende breukmechanismen optreden (Figuur 48):



Figuur 48: Breukmechanismen bij PP/vlasvezel [42]

A = Breuk door vezelbreuk

B = Afschuiving; initiatie en propagatie van de microbreuken aan de vezeluiteinden

C = Transversale trek waarbij ontbinding optreedt tussen de vezel en de matrix

D = Decohesie van de vezelbundel

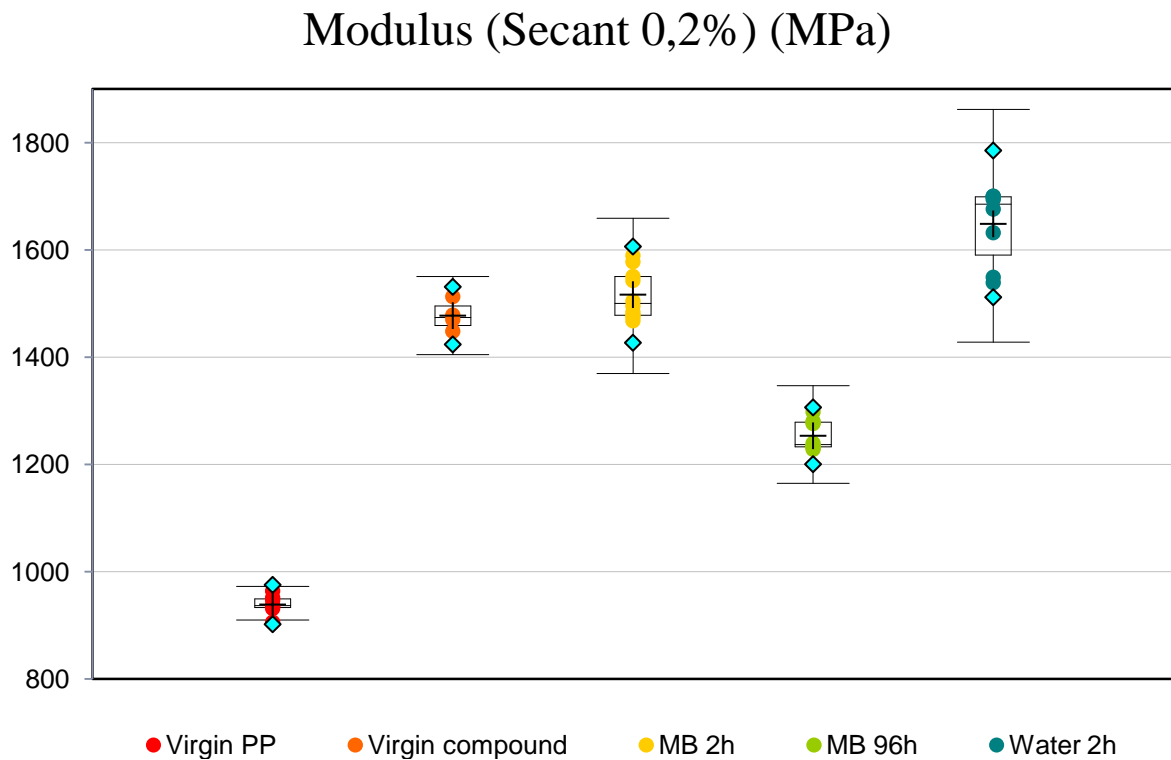
Geen van voorgaande oorzaken treedt het meest op. Om breuk te vermijden, en zo de kwaliteit van het composiet te optimaliseren, is het belangrijk om veel aandacht te schenken aan de verdeling van de vezelbundels en dispersie van de vezels zelf om de vezelverhouding te verbeteren en om de adhesie tussen de vezels en de matrix te verhogen door gebruik te maken van een sizing. [42]

Resultaten

De bekomen waarden worden aan een statistische analyse onderworpen. Hiertoe worden meerdere boxplots opgesteld. Er zijn minder resultaten van de niet-gekleurde trekstaven omdat er materiaal tekort was om meer trekstaven te spuitgieten.

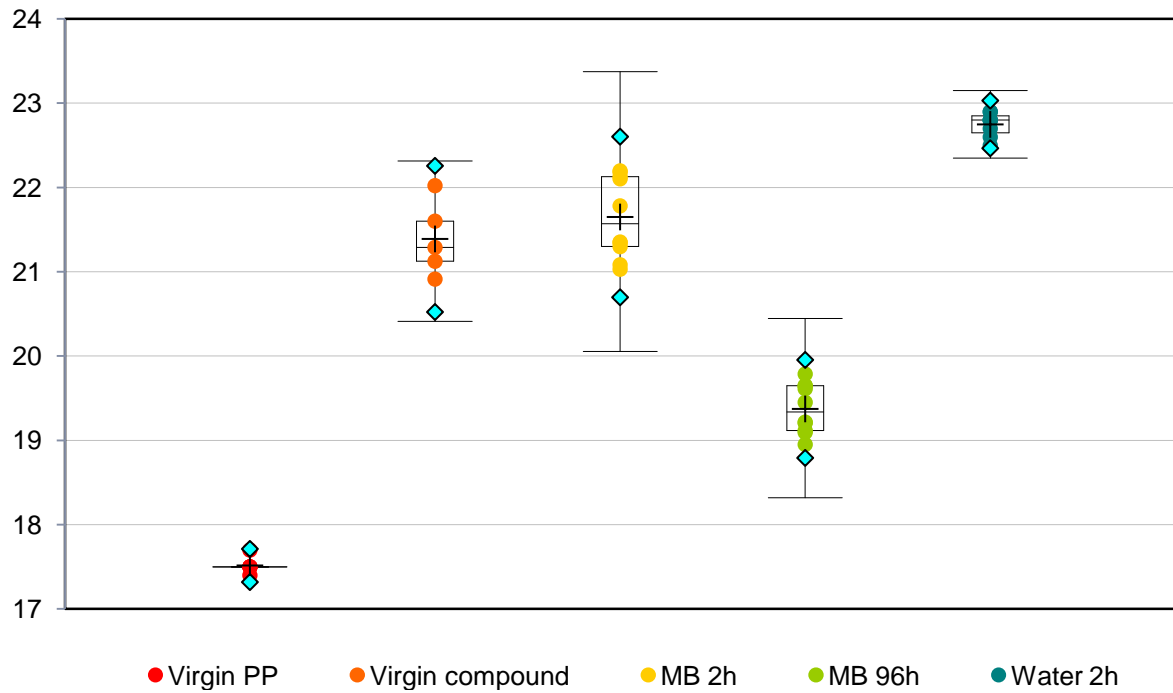
Een boxplot is in feite een tool om na te gaan of er een normale verdeling is en om dan eventuele uitschieters te kunnen schrappen. Indien dit in orde is, kan gesteld worden dat alle meetpunten mogen vervangen worden door: $\bar{x} \pm 2s$ of [95%] of het stuk dat weergegeven wordt tussen de blauwe ruiten.

In volgende figuren worden de secant modulus ($E_{\text{secant } 0,2\%}$), de maximum tensile stress en tensile extension at break weergegeven voor de virgin PP, virgin compound, gedurende 2uur in water verbleven vezels, gedurende 2uur en 96uur in MB verbleven vezels.



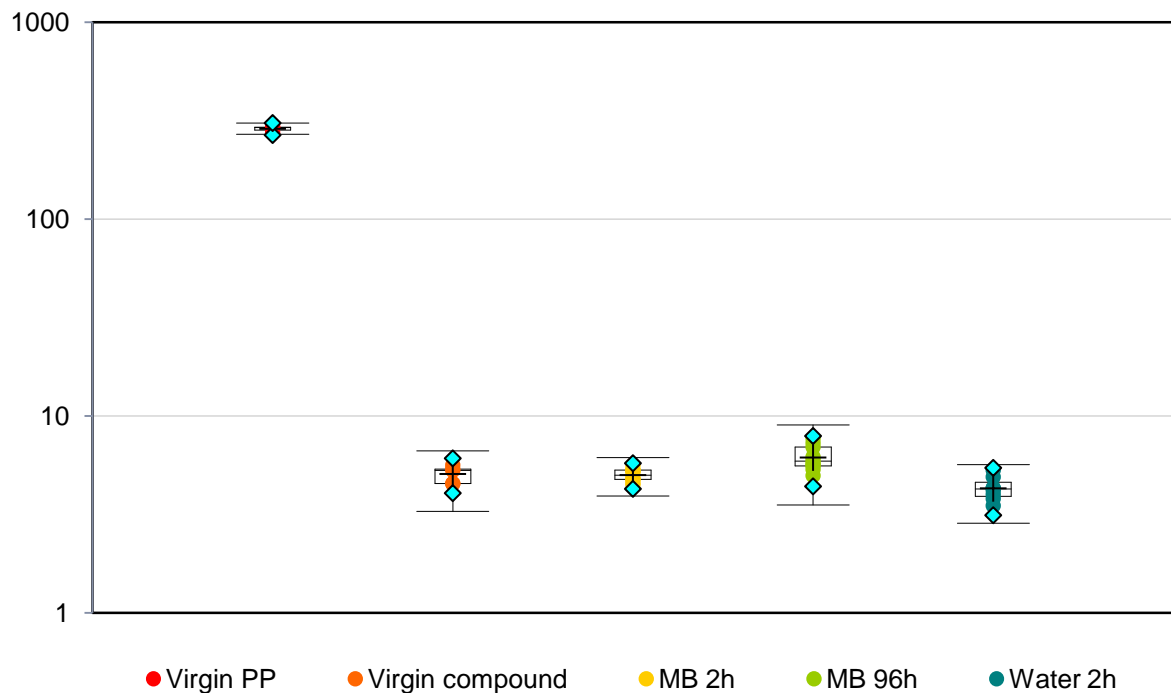
Figuur 49: Boxplot modulus (Secant 0,2%)

Maximum tensile stress (MPa)



Figuur 50: Boxplot maximum tensile stress

Tensile extension at break (mm)



Figuur 51: Boxplot tensile extension at break

Net voor breuk zijn er crazes waarneembaar op de vlascompound staven wat niet voorkomt bij PP maar wel bij Polystyreen. Dit is een amorf en glasachtig polymeer dat zeer bros en hard is. Het breekt bros nog voor de vloeispanning bereikt wordt. Vlak voor de breuk ontstaan er zogenaamde crazes of microscopische scheurtjes. Hierbij zijn de 2 breukvlakken met fibrillen (of vezeltjes van versterkt materiaal) verbonden en dragen zo de belasting. Indien de spanning verhoogd wordt, zullen er op andere plaatsen in het materiaal nog crazes vormen. Bij een nog verdere toename van de spanning zullen de fibrillen bezwijken onder de belasting en zal een craze in een (fatale) scheur veranderen. [25]

Bij een microscopische analyse van het breukoppervlak van een methyleenblauw gekleurde trekstaaf (Figuur 52) kan duidelijk een bundel vezels worden onderscheiden van het polypropeen (krulletjes bovenaan en wit gedeelte onder de vezel). Hierbij wordt opgemerkt dat het PP wit is alhoewel PP steeds doorzichtig is. Dit kan verklaard worden door de oriëntatie van de ketens van PP aan het breukoppervlak waardoor het breukoppervlak wit wordt. Dit komt omdat het semi-kristallijne PP door de ordening meer kristallijn wordt waardoor er verstrooiing van het licht optreedt en het PP wit wordt.



Figuur 52: Breukoppervlak van de trekstaaf

Besluit

Uit resultaten valt af te leiden dat de niet gekleurde vezels en de vezels die gedurende 2 uur in de MB oplossing gedrenkt werden duidelijk dezelfde eigenschappen vertonen. Alleen vertonen de vezels die 96 uur in het MB verbleven een sterke afwijking.

De verlenging bij breuk van de vezels die 96 uur in het MB verbleven is merkbaar groter dan die van de zuivere vezels en die van de vezels die 2 uur in het MB verbleven. De maximale treksterkte en de secant modulus zijn beide groter bij de 2 uur in het MB gedrenkte vezels en de zuivere vezels. Dit komt door het falen van de hechting tussen vezels en matrix door de te lange verblijftijd van de vezels in de oplossing. Hierdoor valt de functie van de vezels weg en daalt de sterkte en stijfheid maar neemt de rek van de matrix toe.

De vezels die 2h in water verbleven vertonen opmerkelijk betere eigenschappen dan het met vlasvezelversterkte composiet op zowat elk vlak. Een mogelijke verklaring hiervoor is dat het water waarin de vezels worden gedrenkt de pectines beter oplost. Hierdoor kleven de vezels minder aan elkaar en kunnen ze zich beter verdelen in de kunststof. Desondanks de goede resultaten wordt verder gewerkt met de virgin compound. De reden hiervoor is dat het in water weken van de vezels en vervolgens drogen een extra stap is in het productieproces met als gevolg dat dit economisch nefaste gevolgen kan hebben voor het bedrijf. Dit moet echter verder worden onderzocht. Het drenken van de vezels in water werd uitgevoerd als een vervolg op de MB kleurproeven, hierop wordt aldus niet verder ingegaan.

De resultaten voor de zuivere vezels en die van de vezels die 2 uur in het MB verbleven zijn zeer gelijklopend. De vezels die 96 uur in het MB verbleven zijn hiervan significant verschillend. Onderstaande tabel geeft dit weer:

	Modulus (Secant 0,2 %) (MPa)	Maximum tensile stress (MPa)	Tensile extension at break (mm)
Virgin PP	939±18	18±0,10	288±10
Virgin compound	1477±29	21±0,43	5,1±0,51
MB 2h	1517±45	22±0,48	5,0±0,37
MB 96h	1253±27	19±0,29	6,2±0,88
Water 2h	1649±68	23±0,14	4,3±0,58

Tabel 11: Modulus (Secant 0,2 %), maximum tensile stress en tensile extension at break

5.2 Driepuntsbuigproef

De driepuntsbuigproef wordt uitgevoerd met de Instron 3345 trekbank (Figuur 53) volgens de ISO 178 norm. De trekstaaf wordt op twee ondersteuningën aangebracht die op 64mm van elkaar verwijderd zijn. Vanaf het moment dat de kop de trekstaaf raakt en een kracht moet uitoefenen van 0,1N, zal deze met een snelheid van 2m/min naar beneden bewegen totdat een doorbuiging wordt bekomen van 2mm. De norm schrijft voor dat de afstand tussen de twee ondersteuningën bepaald wordt door:

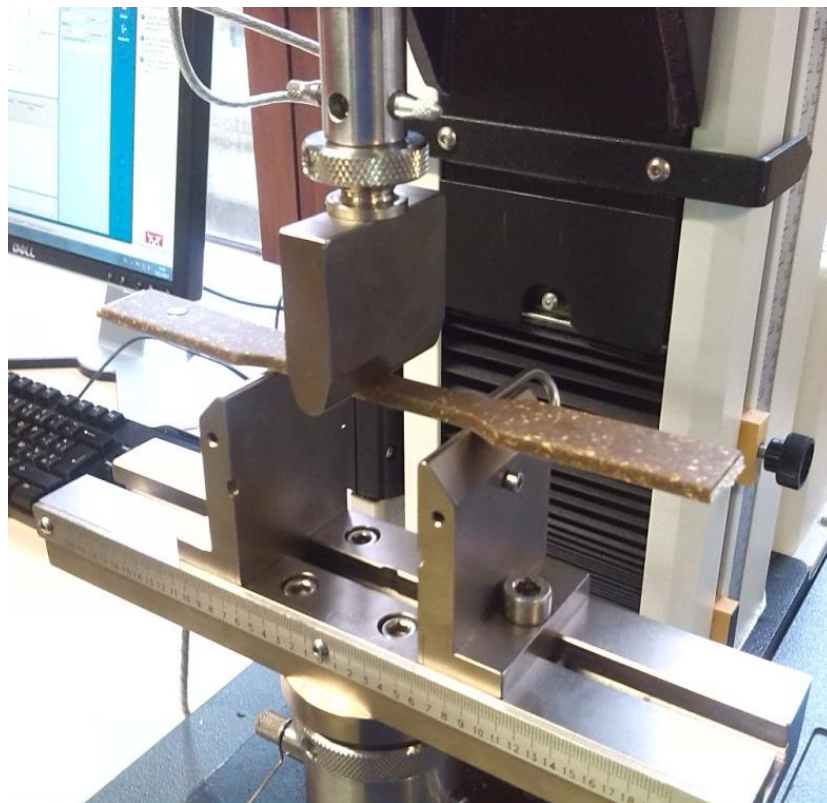
$$L = (16 \pm 1) \cdot h$$

Hierin is

L = afstand tussen de beide ondersteuningën (mm)

h = de hoogte van het monster (mm)

Aangezien de proefstaaf 4mm hoog is, moeten de ondersteuningën 64mm uiteen staan.



Figuur 53: Opstelling van de driepuntsbuigproef trekstaaf

Bij een buigproef op de trekstaven wordt de statische buigmodulus of de stijfheid tegen buiging bepaald. Deze geeft de invloed van de vezeloriëntatie weer op de stijfheid van het product en wordt als volgt berekend:

$$E = \frac{F \cdot L^3}{48 \cdot I \cdot y} \text{ met } I = \frac{b \cdot h^3}{12}$$

$$E = \frac{F \cdot L^3}{4 \cdot y \cdot b \cdot h^3}$$

Hierin is:

F = kracht (N)

L = afstand tussen de steunpunten (mm)

y = doorbuiging (mm)

I = oppervlaktetraagheidsmoment voor een rechthoek (mm⁴) = weerstand tegen doorbuigen

b = breedte (mm)

h = hoogte (mm)

E = elasticiteitsmodulus (N/mm²)

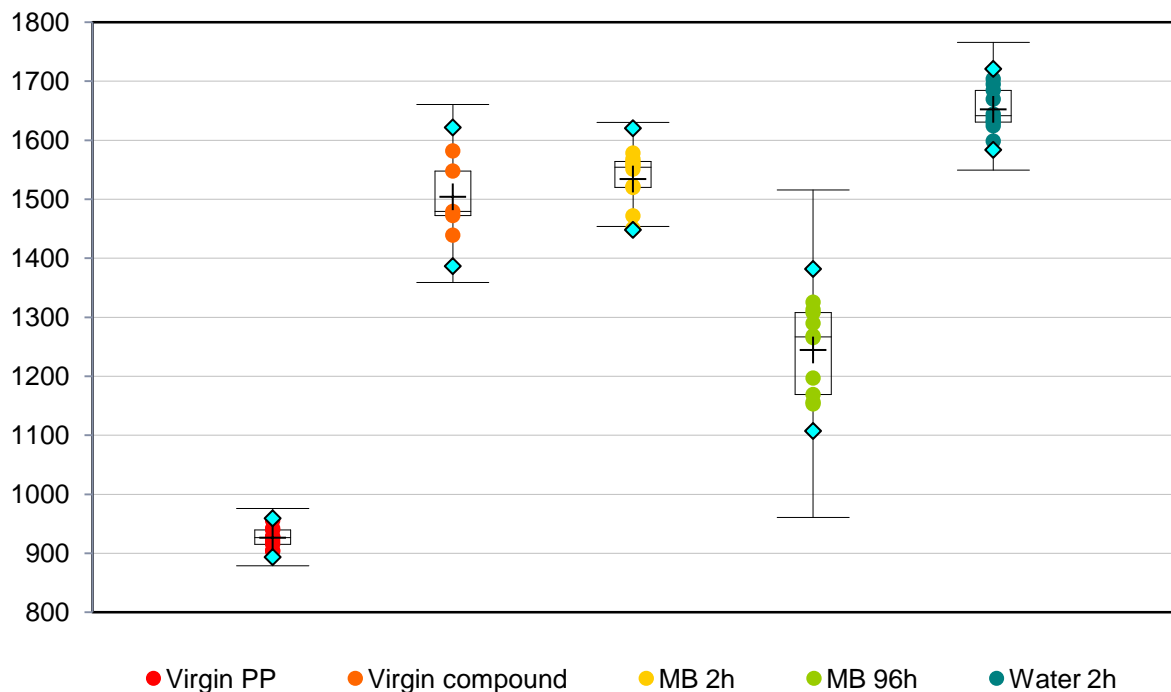
5.2.1 Trekstaven

Het toepassen van bovenstaande formule op de eerste trekstaaf (virgin compound 20wt.-% vlasvezel) waarbij voor een doorbuiging van 1mm een kracht van 16,61N nodig is levert volgende stijfheidsmodulus op:

$$E = \left(\frac{1}{4}\right) \cdot \frac{16,61 \cdot 64^3}{1,002 \cdot 10,21 \cdot 4,2^3} = 1436 \text{ N/mm}^2$$

De bekomen waarden worden aan een statistische analyse onderworpen (Figuur 54).

Statische buigmodulus (MPa)



Figuur 54: Boxplot statische buigmodulus trekstaven

Besluit

Uit de data (Tabel 12) wordt besloten dat het MB geen enkele invloed heeft op de buigmodulus. De buigmodulus van de vezels die na 2 uur uit het MB gehaald werden is echter meer representatief dan die van de vezels gedurende 96 uur in MB. De oorzaak hiervoor ligt bij het degraderen van de vezels door de lange verblijftijd in de MB oplossing. Hieruit wordt besloten dat de vezels die gedurende 96 uur in MB verbleven significant verschillend zijn. Ook hier geven de vezels die gedurende 2h in water verbleven een merkbaar beter resultaat. Dit bevestigt dat het water mogelijks de pectines oplost.

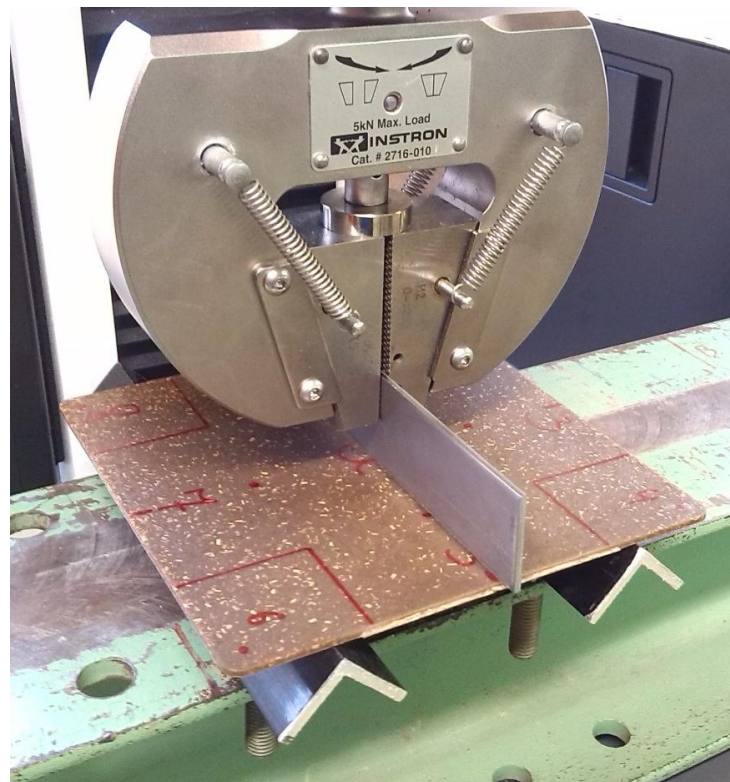
	Buigmodulus (MPa)
Virgin PP	926±16
Virgin compound	1504±59
MB 2h	1534±43
MB 96h	1244±69
Water 2h	1652±34

Tabel 12: Statische buigmodulus trekstaven

5.2.2 Vierkante plaatjes

Voor de opstelling van de driepuntsbuigproef (Figuur 55) wordt gebruik gemaakt van een stalen draagbalk waarop 2 hoekige aluminium latjes zijn voorzien die op een gekende afstand (92,4mm) van elkaar verwijderd zijn. Deze afstand wordt bepaald door de afstand tussen gestanste gaten in de draagbalk waarop de aluminium latjes zijn bevestigd en is dus niet vrij verplaatsbaar. De formule uit de norm om de afstand te bepalen tussen de twee ondersteuningen kan hier niet toegepast worden en moet later in de formule worden verrekend. De kop van de trekbank beweegt met een snelheid van 2mm/min naar beneden tot een doorbuiging van 5mm bekomen wordt. Hierbij wordt opgemerkt dat de resultaten slechts vanaf 3mm mogen bekeken worden om er zeker van te zijn dat er voldoende voorspanning aanwezig is zodat alle vooraf optredende effecten (bv hoeken trekken naar binnen) verwijderd zijn en het plaatje optimaal belast wordt. Een grotere doorbuiging dan 5mm is ook niet gewenst gezien deze blijvende of plastische vervorming kan teweeg brengen. Het ware eleganter geweest de plaatjes in stroken te versnijden, maar de plaatjes mogen niet kapot gemaakt worden. Men moet ook rekening houden met het feit dat er randeffecten optreden door het verzagen of versnijden (oneffen zijvlak door aanwezigheid van de vezels). Daarom wordt de driepuntsbuigproef over het gehele plaatje uitgevoerd.

Vooraleer het experiment kan beginnen wordt het plaatje, dat warpage of kromtrekking vertoont, tussen twee gewichten in de oven gelegd gedurende 24uur op 80°C. Deze handeling wordt 'annealen' of ontstressen van het kunststofonderdeel genoemd. Door de opwarming gaan de moleculen ontstressen waardoor de spanning in het onderdeel afneemt. Door het plaatje 90° te draaien kan zowel volgens als dwars op de vloerichting gemeten worden.

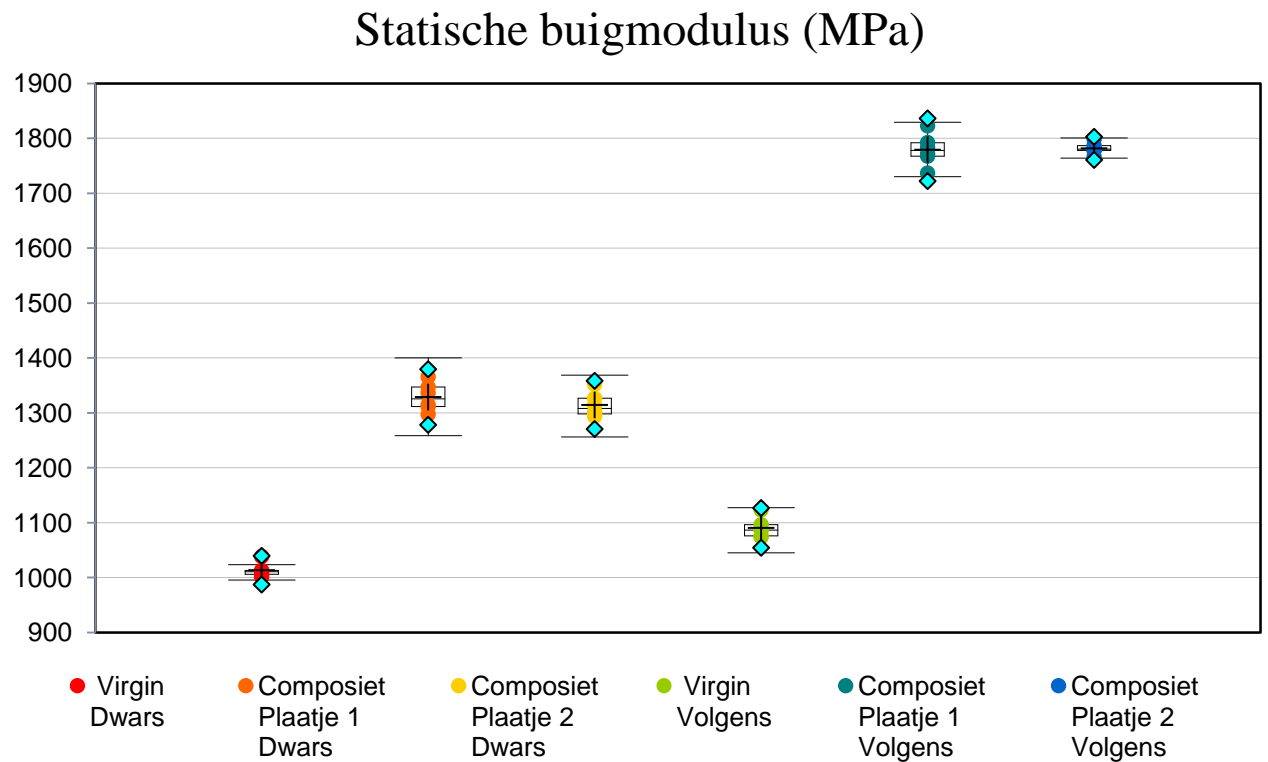


Figuur 55: Opstelling van de driepuntsbuigproef plaatje

Hierbij wordt dezelfde formule gebruikt als bij de buigproef op de trekstaven. Toegepast op een virgin PP plaatje waarbij voor een doorbuiging van 1mm een kracht van 6,16N nodig is levert dat volgende stijfheidsmodulus op:

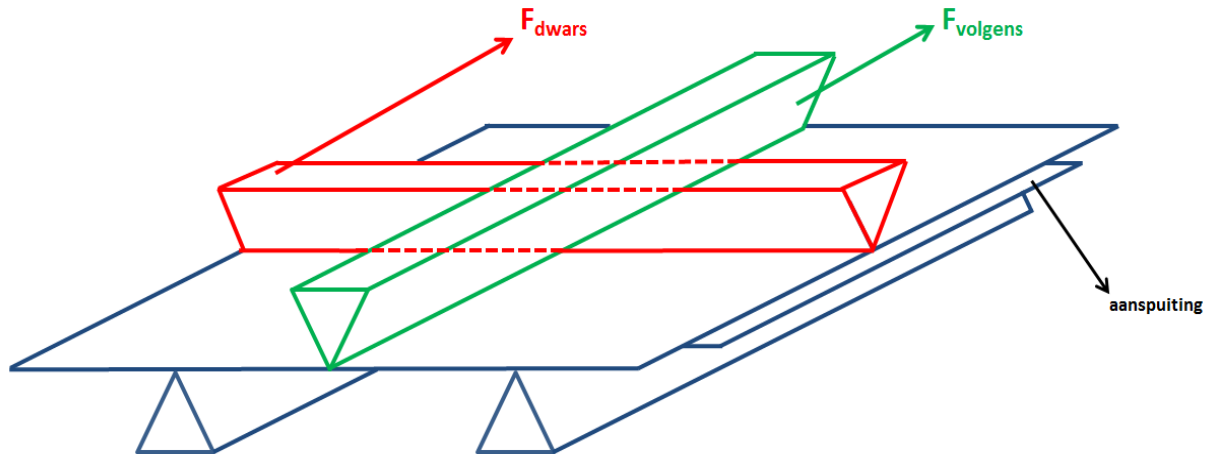
$$E = \left(\frac{1}{4}\right) \cdot \frac{6,16 \cdot 92,4^3}{1,147,13 \cdot 1,99^3} = 1048N/mm^2$$

De bekomen waarden worden aan een statistische analyse onderworpen (Figuur 56). Hierbij worden drie plaatjes bestudeerd: een virgin plaatje en twee identieke vlasvezelversterkte PP plaatjes. De stijfheidsmodulus van de plaatjes wordt steeds afwisselend bepaald volgens en dwars op de vloeirichting. Hierbij wordt het plaatje uiteraard ook afwisselend omgedraaid om de eventuele invloed van krimpverschijnselen in kaart te brengen.



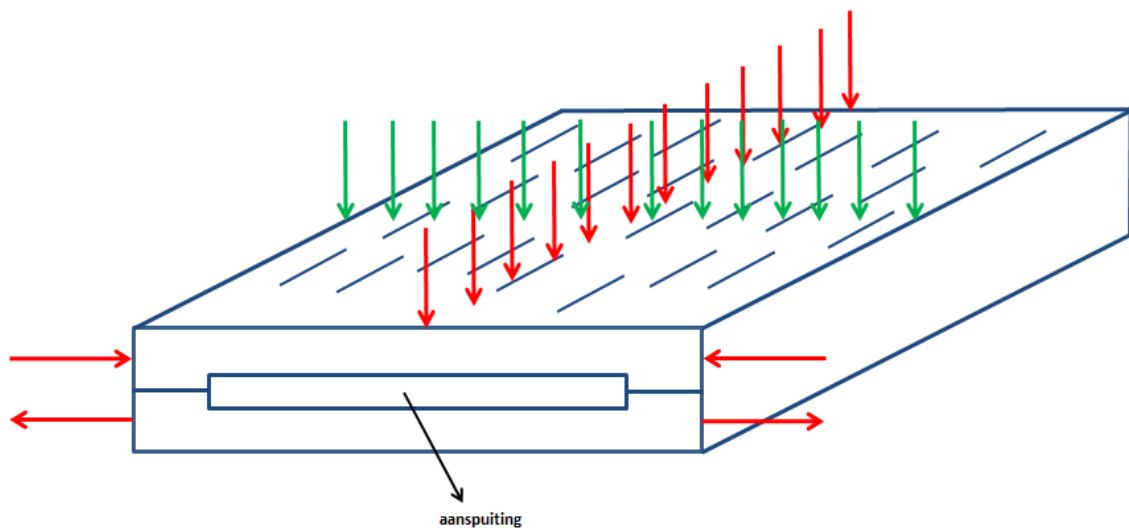
Figuur 56: Boxplot statische buigmodulus vierkante plaatjes

Tevens moet opgemerkt worden wat het verschil is tussen meten volgens en meten dwars op de vloeirichting. Dit wordt in onderstaande figuur duidelijk gemaakt.



Figuur 57: Verschil tussen dwars en volgens de vloeirichting

Door het uitvoeren van een driepuntsbuigproef waarbij gemeten wordt volgens de vloeirichting van de kunststof zal er druk optreden in de bovenste laag en de vezels in de onderste laag worden door trek naar buiten bewogen (Figuur 58). Dit toont aan waarom dit 'dwars op de vloeirichting' wordt genoemd.



Figuur 58: Verklaring dwars en volgens de vloeirichting

Besluit

Tabel 13 geeft de resultaten van de driepuntsbuigproef op de vierkante plaatjes weer. Hieruit blijkt dat de driepuntsbuigproef op de virgin plaatjes een iets hoger resultaat geeft voor de driepuntsbuigproef volgens de vloeirichting in vergelijking met de proef dwars op de vloeirichting. Men kan zich inbeelden dat het plaatje een beetje stijver zal zijn als men volgens de vloeirichting drukt. Merk op dat dit verschil met de waarde dwars op de vloeirichting zeer klein is, zelfs nog kleiner dan de buigmodulus van het composiet plaatje dwars op de vloeirichting.

Aan het feit dat er geen uitschieters zijn kan er in eerste instantie geconcludeerd worden dat er geen krimpverschijnselen zijn. Dit ligt geheel in de lijn van de verwachtingen aangezien de plaatjes vooraf geannealed werden.

Uit onderstaande tabel wordt ook duidelijk dat het composiet plaatje veel stijver is volgens de vloeirichting dan dwars op de vloeirichting. Dit effect is beduidend groter dan bij de virgin PP plaatjes en is dus een gevolg van de vezels.

	Buigmodulus (MPa)
Virgin PP dwars op de vloeirichting	1013±13
Composiet plaatje 1 dwars op de vloeirichting	1328±25
Composiet plaatje 2 dwars op de vloeirichting	1314±22
Virgin PP volgens de vloeirichting	1090±18
Composiet plaatje 1 volgens de vloeirichting	1779±29
Composiet plaatje 2 volgens de vloeirichting	1782±11

Tabel 13: Statische buigmodulus vierkante plaatjes

Aangezien de waarden voor beide composiet plaatjes niet significant verschillen, mag hiervan het gemiddelde genomen worden. Deze moduli (Tabel 14) geven zo de buigstijfheid weer van de vierkante composietplaatjes en zal in de simulatiesoftware gebruikt worden.

	Buigmodulus (MPa)
Longitudinale elasticiteitsmodulus (E_1, MPa)	1785
Transversale elasticiteitsmodulus (E_2, MPa)	1322

Tabel 14: Statische buigmodulus composiet

Het composiet plaatje is 1,35 keer stijver volgens de vloeirichting dan dwars op de vloeirichting. Het composiet plaatje is 1,30 keer stijver dwars op de vloeirichting en is 1,63 stijver volgens de vloeirichting in vergelijking met het virgin PP plaatje.

5.3 Buigproef

5.3.1 Vierkante plaatjes

Bij deze proef wordt een buigproef uitgevoerd op de vierkante plaatjes met behulp van de Instron 3345 trekbank (Figuur 59). Dit wordt zowel op de vlasvezelversterkte als op de niet vlasvezelversterkte plaatjes uitgevoerd. Vooraleer het experiment kan beginnen wordt het plaatje opnieuw tussen twee gewichten in de oven gelegd gedurende 24uur op 80°C. Op het plaatje worden markeringen aangebracht in het midden van de rand van elke zijde. Door het plaatje telkens 90° te draaien en opnieuw in te klemmen kan zo op elk punt gemeten worden. Dit wordt gedaan om de invloed van de vezels op de doorbuiging te bekijken op die plaats van het plaatje. Door dit te vergelijken met de virgin plaatjes wordt duidelijk hoeveel stijver de composiet plaatjes zijn op de bestudeerde punten van het plaatje.

De plaat wordt tussen twee stalen balken vastgeklemd met behulp van lijmklemmen op een stalen draagbalk. Vervolgens beweegt de kop van de trekbank naar beneden met een snelheid van 2mm/min en oefent zo een puntbelasting uit. Dit wordt in het midden van elke zijde van het plaatje gedaan. [33]

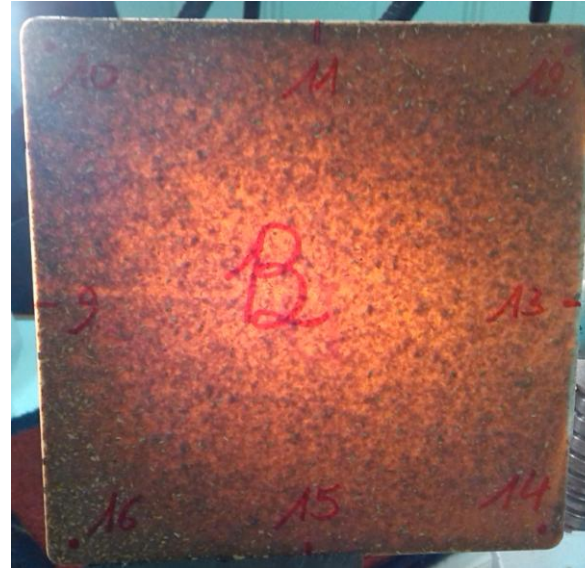


Figuur 59: Opstelling van de buigproef

De resultaten van het plaatje met een dikte van 1mm leveren geen goed resultaat op en worden hier achterwege gelaten. Dit kan verklaard worden door het feit dat er verschillende ophopingen zijn van vlasvezels in het plaatje. Deze worden zichtbaar bij het in het licht houden van het plaatje (Figuur 60). De plaatjes met een dikte van 2mm hebben dat probleem niet (Figuur 61).

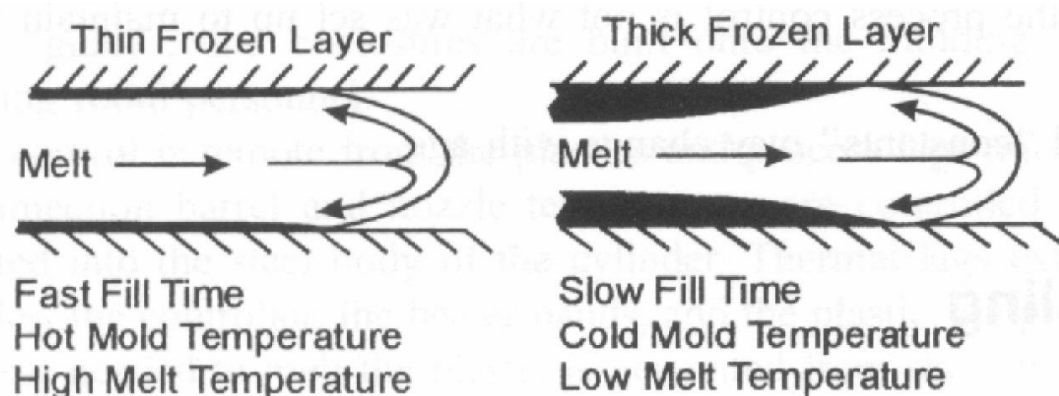


Figuur 60: Plaatje 150x150x1



Figuur 61: Plaatje 150x150x2

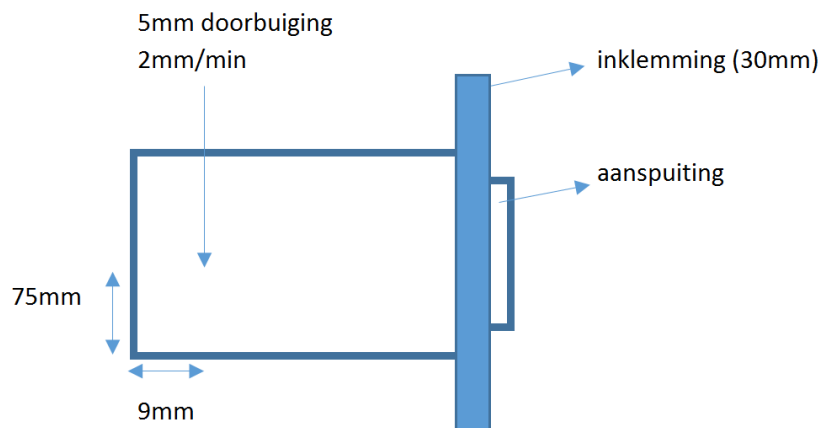
De oorzaak voor de ophoping ligt bij de stroming van de kunststof in de matrijs. Deze stroming wordt gekenmerkt als een fonteinstroming (Figuur 62). Hierbij beweegt de kunststof in het midden van de laag naar de matrijswand. De kunststof die het laatst binnenkomt in de matrijs moet dus het verst stromen. Bij de 1mm plaatjes kan er een kleine ophoping zijn van vezels als er een vezel klem komt te zitten. De kunststof zal er dan gewoon omheen stromen. [33]



Figuur 62: Principe van fonteinstroming

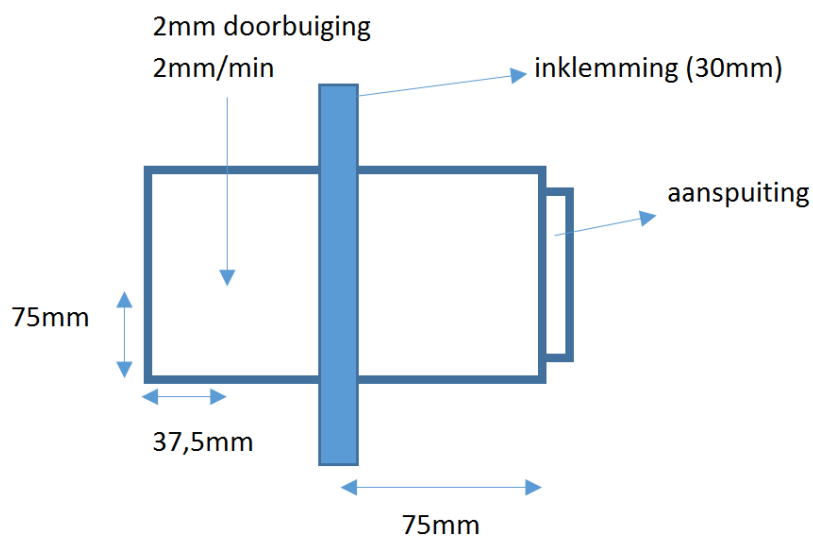
Op het plaatje met een dikte van 2mm worden 3 buigproeven uitgevoerd:

Bij een *eerste meting* wordt het plaatje op het einde ingeklemd en wordt op het uiteinde gemeten (Figuur 63) totdat een doorbuiging van 5mm bekomen wordt. Dit levert echter enorm veel ruis op in de meting. Deze kan verklaard worden door het feit dat het toestel kan meten tussen 0 en 5000N. De kleine krachten benodigd in dit experiment zorgen dan voor deze ruis. Dit kan een sterke invloed hebben op het eindresultaat.



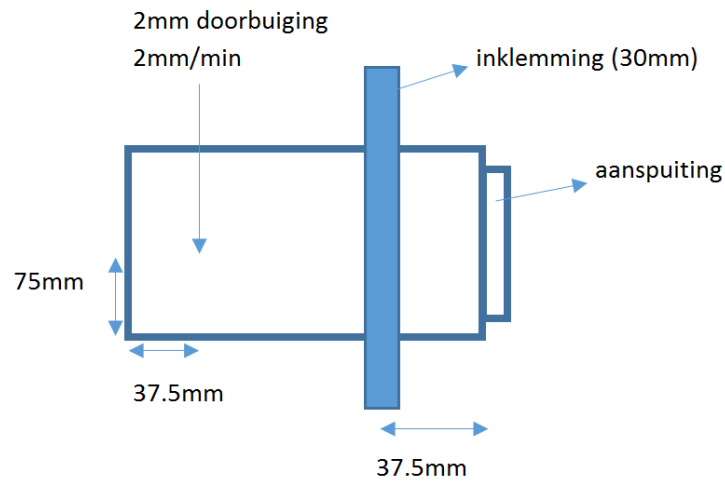
Figuur 63: Buigproef plaatje met de inklemming op het uiteinde

In een *tweede meting* wordt het plaatje in het midden ingeklemd en wordt op ongeveer een vierde van de rand gemeten (Figuur 64) tot een doorbuiging van 2mm bekomen wordt. De doorbuiging wordt hier verminderd van 5 naar 2mm omdat de plaatjes niet beschadigd mogen worden. De ruis is sterk verminderd in dit experiment door de grotere benodigde kracht.



Figuur 64: Buigproef plaatje met de inklemming op de helft

In een *derde meting* wordt het plaatje op een vierde van de zijkant ingeklemd en wordt opnieuw op een vierde van de rand gemeten (Figuur 65).

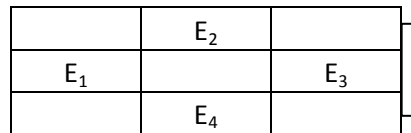


Figuur 65: Buigproef plaatje met de inklemming op een vierde

De buigproef op de composiet plaatjes wordt zowel aan de boven- als aan de onderzijde van het plaatje uitgevoerd om mogelijke invloeden van het kromtrekken te traceren.

Resultaten

Uit het experiment wordt afgeleid hoeveel kracht er nodig is om een doorbuiging van 1mm te bekomen. In onderstaande figuur wordt het plaatje weergegeven dat verdeeld is in 9 kwadranten en waarbij de filmaanspuiting zich rechts bevindt.



Figuur 66: Plaatje verdeeld in kwadranten

Er wordt telkens een meting op de boven en onderkant van het plaatje uitgevoerd omdat er nog steeds een sterke lokale invloed is van de vezels en omdat de lokale belasting veel gevoeliger is voor krimp dan bij de driepuntsbuigproefmeting. Onderstaande tabel geeft de stijfheidsmoduli weer bekomen voor elke inklemming.

	Inklemming op de rand		
	Virgin	Composiet (bovenkant)	Composiet (onderkant)
E₁ (MPa)	858	754	991
E₂ (MPa)	704	803	668
E₃ (MPa)	692	897	945
E₄ (MPa)	619	740	668

	Inklemming op de helft		
	Virgin	Composiet (bovenkant)	Composiet (onderkant)
E₁ (MPa)	263	295	378
E₂ (MPa)	290	305	319
E₃ (MPa)	335	256	313
E₄ (MPa)	322	248	300

	Inklemming op een vierde		
	Virgin	Composiet (bovenkant)	Composiet (onderkant)
E₁ (MPa)	650	835	856
E₂ (MPa)	592	717	794
E₃ (MPa)	664	674	606
E₄ (MPa)	623	612	590

Tabel 15: Resultaten buigproef

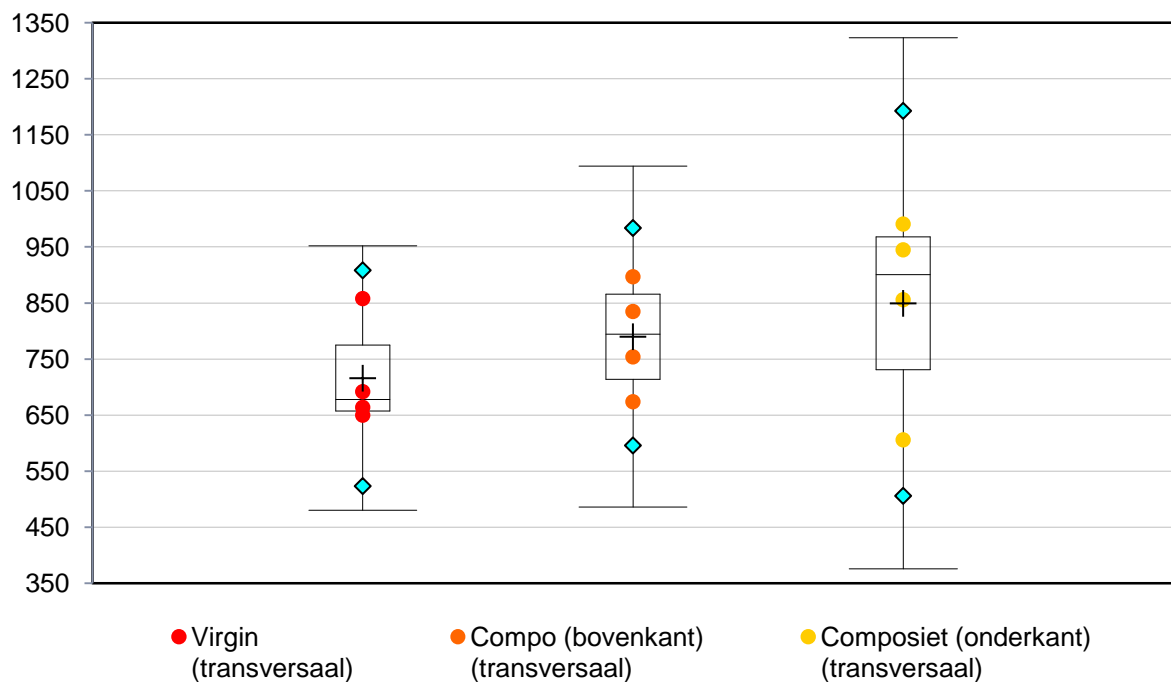
Rekenvoorbeeld toegepast op E_1 waarbij de inklemming zich op de helft van het virgin plaatje bevindt:

$$E = \frac{4 \cdot F \cdot l^3}{y_B \cdot b \cdot h^3} = \frac{4 \cdot 6,58233 \cdot (150 - 75 - 37,5 - 15)^3}{0,96414 \cdot 150 \cdot 1,99^3} = 263 \text{ N/mm}^2$$

Uit de resultaten van de trekbank wordt bekeken welke kracht er overeen komt bij een doorbuiging van ongeveer 1mm. De hoogte en de breedte worden opgemeten met een digitale schuifmaat en de afstand van de inklemming tot de puntbelasting bedraagt (150mm – (afstand van de rand tot de inklemming) – (afstand van de rand tot de puntbelasting) – (de halve dikte van de inklemming)).

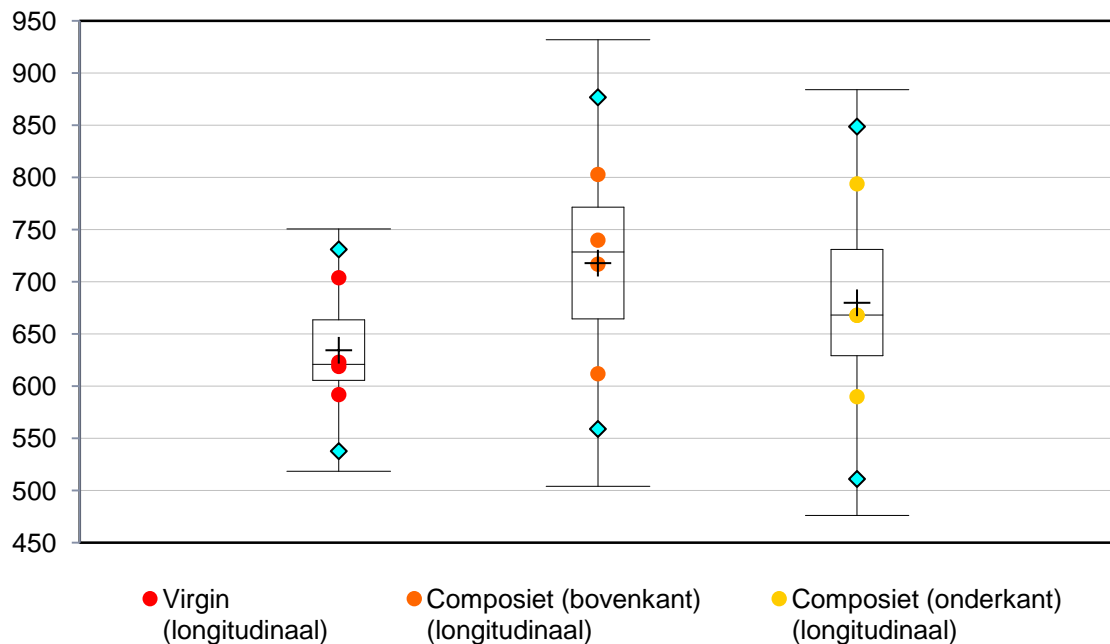
De waarden bij de inklemming op de helft tonen teveel afwijking om correct te zijn. Om zeker te zijn dat E_1 en E_3 maar ook E_2 en E_4 samengenomen mogen worden, wordt een boxplotanalyse uitgevoerd. Uit onderstaande boxplots blijkt dat er helemaal geen uitschieters zijn.

Uitschieterplot van E_1 en E_3



Figuur 67: Uitschieterplot van E_1 en E_3

Uitschieterplot van E_2 en E_4



Figuur 68: Uitschieterplot van E_2 en E_4

Besluit

Uit deze proef wordt besloten dat het plaatsen van een lokale belasting sterk afwijkende resultaten vertoont (Tabel 16) in vergelijking met de driepuntsbuigproef.

	Buigmodulus (MPa)		
	Virgin	Composiet (bovenkant)	Composiet (onderkant)
Transversale elasticiteitsmodulus (E_1)	716	790	850
Longitudinale elasticiteitsmodulus (E_2)	635	718	680

Tabel 16: Resultaten buigproef vierkant plaatje

Dit kan echter verschillende oorzaken hebben:

In eerste instantie kan men zeggen dat de formules niet geldig zijn. Bij deze proef wordt gebruik gemaakt van de formules van een ligger. Aangezien het hier gaat om een plaatje en dus geen ligger waarop een lokale belasting wordt aangebracht, moet hier gebruik gemaakt worden van zeer specifieke formules zoals beschreven in gespecialiseerde literatuur.

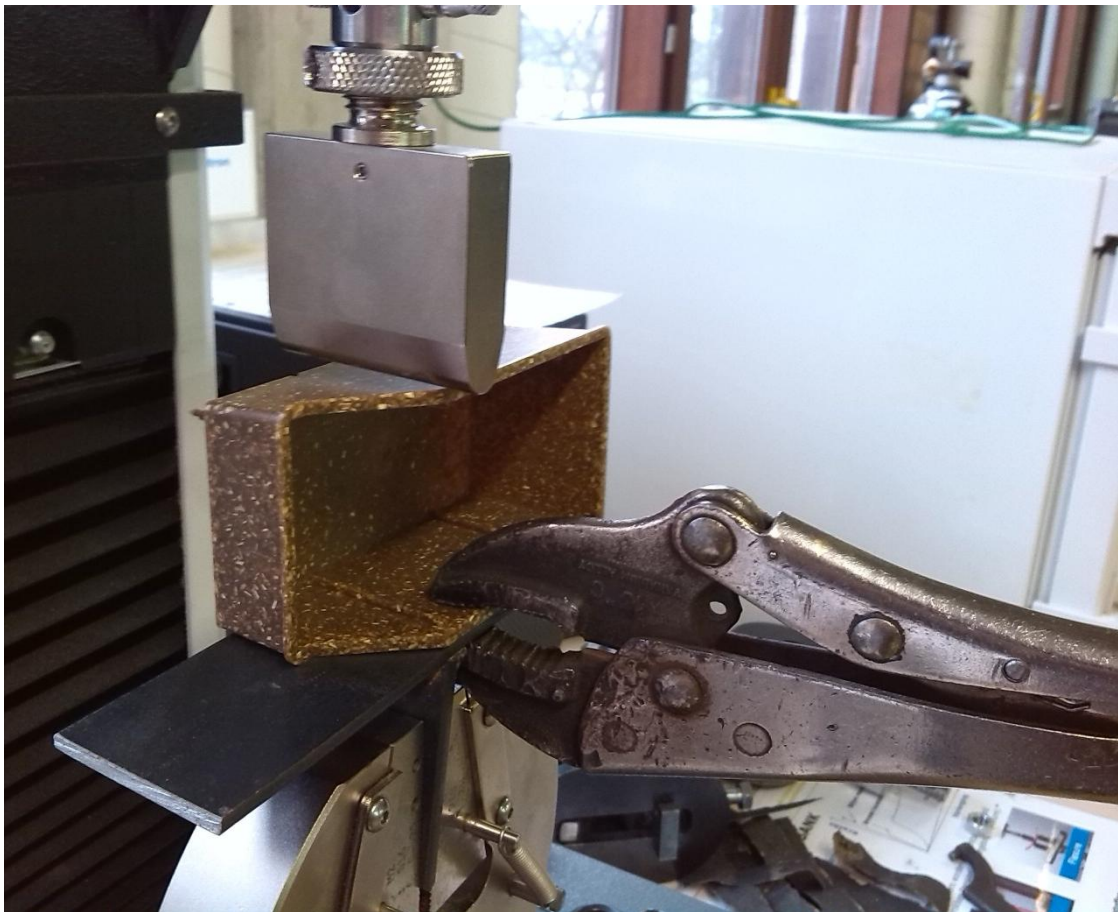
In tweede instantie is de inklemming gebruikt in de opstelling niet echt een inklemming maar eerder een scharnier. In Moldflow (zie verder) wordt dit echter wel als een perfecte inklemming gezien.

Andere oorzaken hiervoor zijn de optredende ruis omdat het toestel gevoeliger gaat meten, locale vezelophoping en de invloed van de krimp die, ondanks het annealen, sterk aanwezig is.

5.3.2 Proefbakje

Bij een buigproef op de proefbakjes wordt de doorbuiging bepaald op een proefbakje met vlasvezelgevuuld materiaal. Aangezien dit een complexer product is, zal deze waarde beter overeenkomen met de waarde van de pallet (zie verder) in vergelijking met de waarde van de trekstaven. Met behulp van de trekbank wordt een buigproef uitgevoerd op de wanden van het bakje om zo de invloed van de vezeloriëntatie en geometrie van het bakje op de E-modulus te kennen.

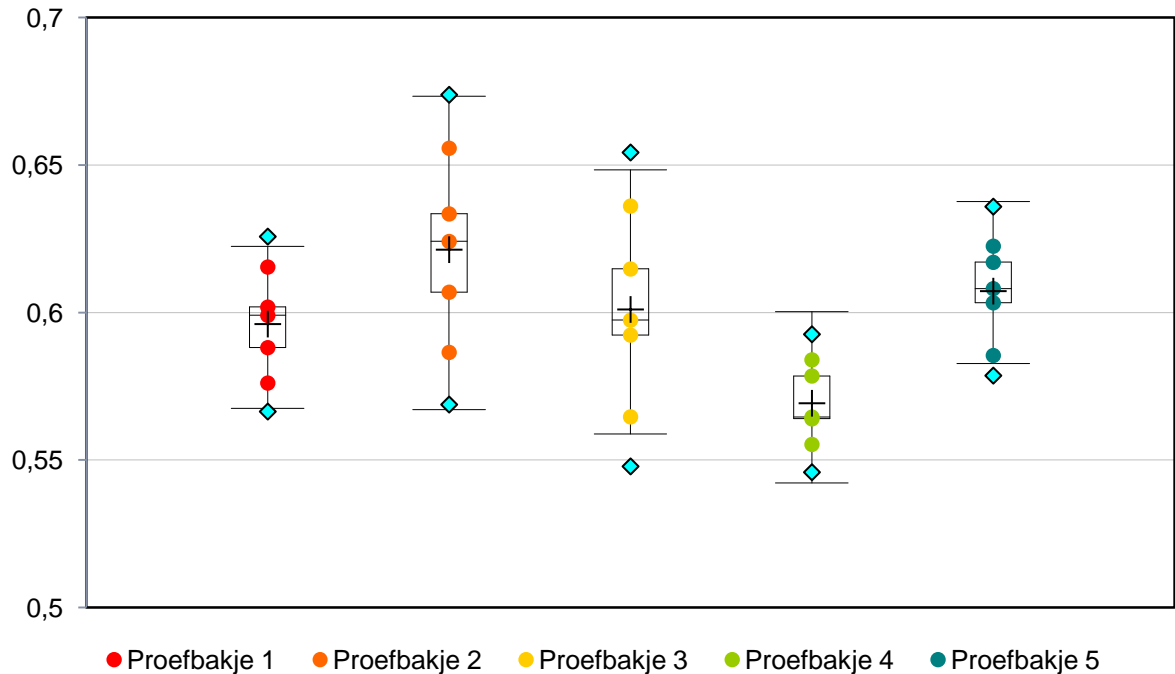
De buigproef wordt uitgevoerd met de Instron 3345 trekbank (Figuur 69). Het bakje wordt vastgeklemd en de kop zal met een snelheid van 2m/min naar beneden bewegen totdat een doorbuiging wordt bekomen van 1mm omdat binnen de range van 0 tot 1mm een linear verband wordt bekomen. De meting gebeurt door 5 gelijkaardige proefbakjes afwisselend te meten.



Figuur 69: Opstelling van de buigproef op het proefbakje

De bekomen resultaten worden aan een statistische analyse onderworpen. Hiertoe wordt een boxplot opgesteld (Figuur 70).

Doorbuiging (mm) bij een belasting van 1N



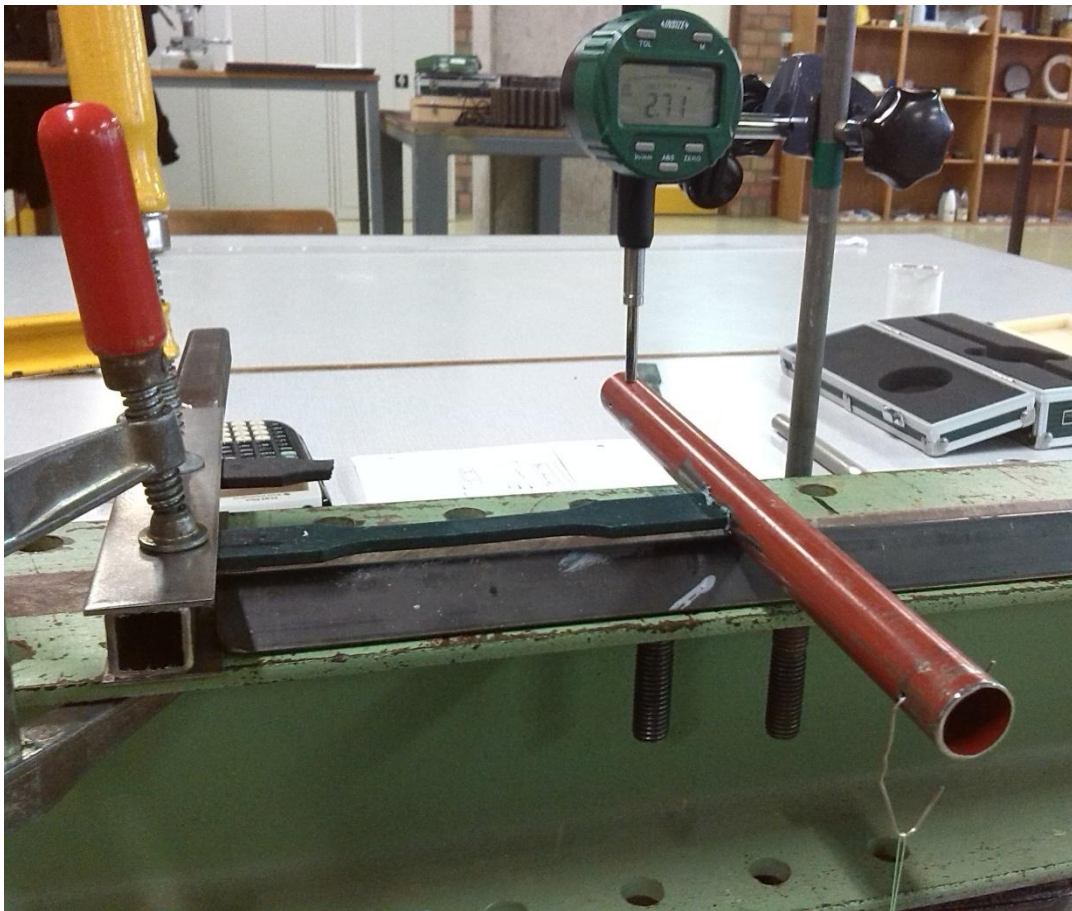
Figuur 70: Boxplot doorbuiging (mm) op het proefbakje bij een belasting van 1N

Besluit

Hieruit wordt duidelijk dat er geen uitschieters aanwezig zijn en dat mag aangenomen worden dat er bij een belasting van 1N een doorbuiging is van 0,6mm voor het proefbakje met vlasvezels.

5.4 Torsieproef

Zoals de naam reeds doet vermoeden wordt met deze proef de torsie van een trekstaaf bepaald. Voor de uitvoering van deze proef wordt een proefstaaf voor 2,3cm aan een zijde ingeklemd. De andere zijde wordt vastgeklemd in een buis waarin exact in het midden een opening werd gemaakt. Hierbij is het belangrijk dat de proefstaaf vast zit in de buis en dat er dus geen speling is. De buis rust in het midden op een lat die geplooid wordt tot een hoek waardoor een punt- of lijncontact ontstaat met de buis. Deze laatste zal zo als een soort scharnier kan fungeren. Aan de ene kant van de buis wordt een gewicht van 100g gehangen en aan de andere kant wordt een meetklokje opgesteld (Figuur 71).

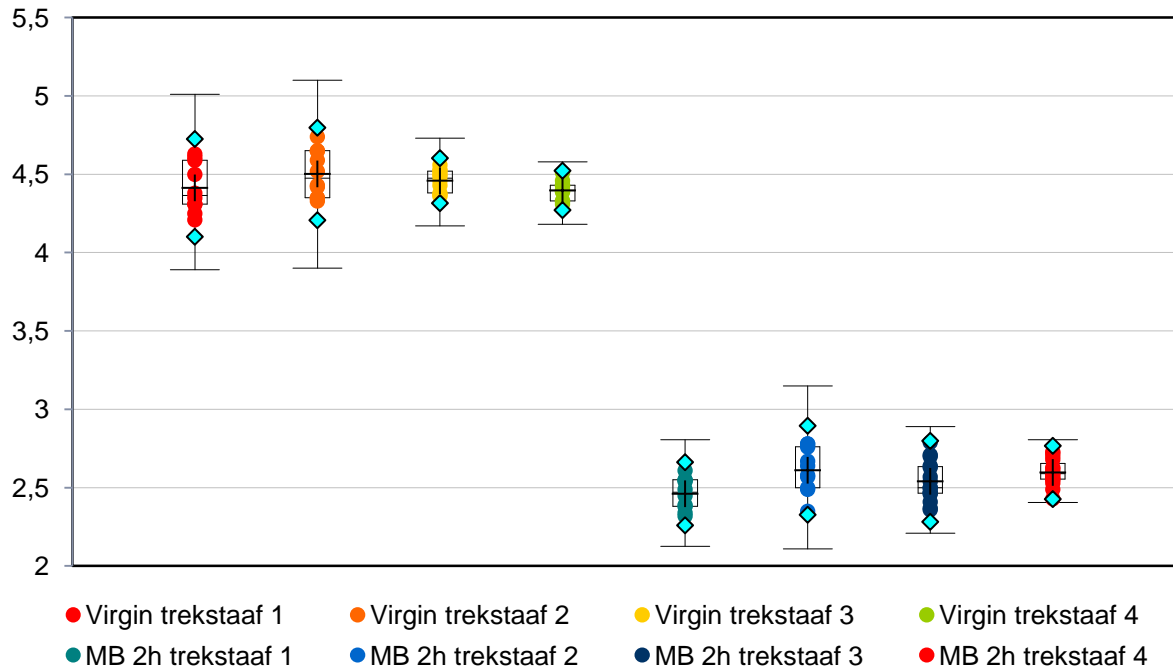


Figuur 71: Opstelling van de torsieproef

Door een gewicht aan de buis te hangen zal de meetklok een verplaatsing opmeten. Dit wordt herhaald voor verschillende trekstaven, zowel voor virgin trekstaven als voor trekstaven met MB gekleurde vlasvezels. Aangezien de vlasvoorraad uitgeput is en er geen virgin composiet trekstaven meer over zijn, wordt gewerkt met MB gekleurde vlasvezelversterkte trekstaven die 2uur in MB gedrenkt worden. De doorbuiging wordt meteen afgelezen na belasting aangezien er kruip optreedt. Uit de resultaten bekomen uit de trekproef blijken deze waarden representatief te zijn voor de niet gekleurde vlasvezelversterkte staven.

Door de metingen op de trekstaven uit te voeren wordt een hele reeks resultaten bekomen. Deze worden samengevat in onderstaande boxplot (Figuur 72).

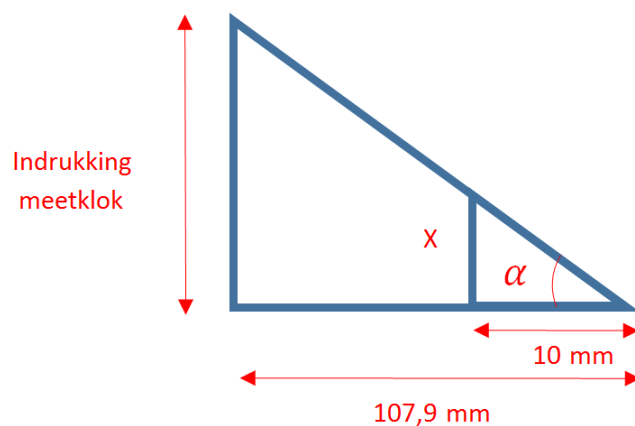
Indrukking meetklokje (mm)



Figuur 72: Boxplot indrukking meetklokje

Uit de indrukking van het meetklokje kan de verdraaiingsafstand van de trekstaaf als volgt worden bepaald. Rekenvoorbeeld toegepast op een willekeurige meting van de MB vezelversterkte trekstaaf:

Figuur 73 geeft de verplaatsing weer die de buis, de trekstaaf en de meetklok maken bij het aanhangen van de massa.



Figuur 73: Wiskundige voorstelling torsieproef

Voor de berekening van de verdraaiingsafstand wordt in eerste instantie de indrukking van het meetklokje afgelezen. Dan kan de hoek alfa worden bepaald met de formule:

$$\tan(\alpha) = \frac{\text{indrukking meetklokje}}{107,9\text{mm}} = \frac{2,553\text{mm}}{107,9\text{mm}}$$

$$\alpha = 1,36^\circ$$

Met behulp van alfa kan de verdraaiing van de trekstaaf bepaald worden:

$$\tan(1,36) = \frac{x}{10\text{mm}}$$

$$x = 0,2366\text{mm}$$

Besluit

Uit de resultaten weergegeven in Tabel 17 blijkt dat de vezelversterkte trekstaven minder verdraaien dan de virgin PP trekstaven. Dit ligt geheel in de lijn van de verwachtingen aangezien het composiet stijver is dan het virgin PP materiaal.

	Verdraaiingsafstand (mm)
Virgin PP	0,412
MB 2h	0,237

Tabel 17: Verdraaiingsafstand van de trekstaaf

6 Materiaalparameters

In Moldflow worden twee sets aan gegevens ingegeven, enerzijds de eigenschappen van de vlasvezels en anderzijds deze van het composiet.

6.1 Vlasvezel

Om de PP/vlasvezel te kunnen simuleren dienen de eigenschappen zo nauwkeurig mogelijk gekend te zijn. De eigenschappen van de vlasvezels staan niet standaard in de Moldflow database en dus moet er een nieuw materiaal aangemaakt worden. Sommige zaken o.a. dichtheid, thermische geleidbaarheid, ... kunnen worden opgezocht/opgevraagd maar de soortelijke warmte moet experimenteel bepaald worden. De gegevens worden manueel in de software ingegeven:

Dichtheid (ρ): 1,45g/cm³ [43]

Warmtegeleidingscoëfficiënt (λ): 0,058W/(m.K) [44]

Soortelijke warmte (c_p):

Voor de bepaling van de soortelijke warmte wordt gebruik gemaakt van de Differential Scanning Calorimetrie (DSC, Figuur 74: links).



Figuur 74: DSC-opstelling

Bij een DSC-analyse wordt een staal in een pannetje (Figuur 74: rechts) geplaatst waarop een deksel wordt geperst. Hetzelfde wordt gedaan voor een leeg pannetje dat als referentiepan fungeert. Een DSC meet het verschil in energie, de warmtestroom, die nodig is om het staal en het lege pannetje op dezelfde temperatuur te houden.

In eerste instantie wordt hiervoor een calibratie uitgevoerd om de calibratieconstante E (-) te bepalen. Dit gebeurt met behulp van saffier waarvan de soortelijke warmte nauwkeurig gekend is. De waarden van de soortelijke warmte van saffier kunnen gevonden worden in de E1269-11 norm. Onderstaande vergelijking [45] geeft aan hoe E te bepalen is:

$$E = \frac{c_p (\text{saffier}) \cdot \left(\frac{dT}{dt}\right) \cdot m}{\frac{dQ}{dt} \cdot 60}$$

Met:

E = calibratieconstante (-)

c_p = soortelijke warmte van saffier (J/(g.°C))

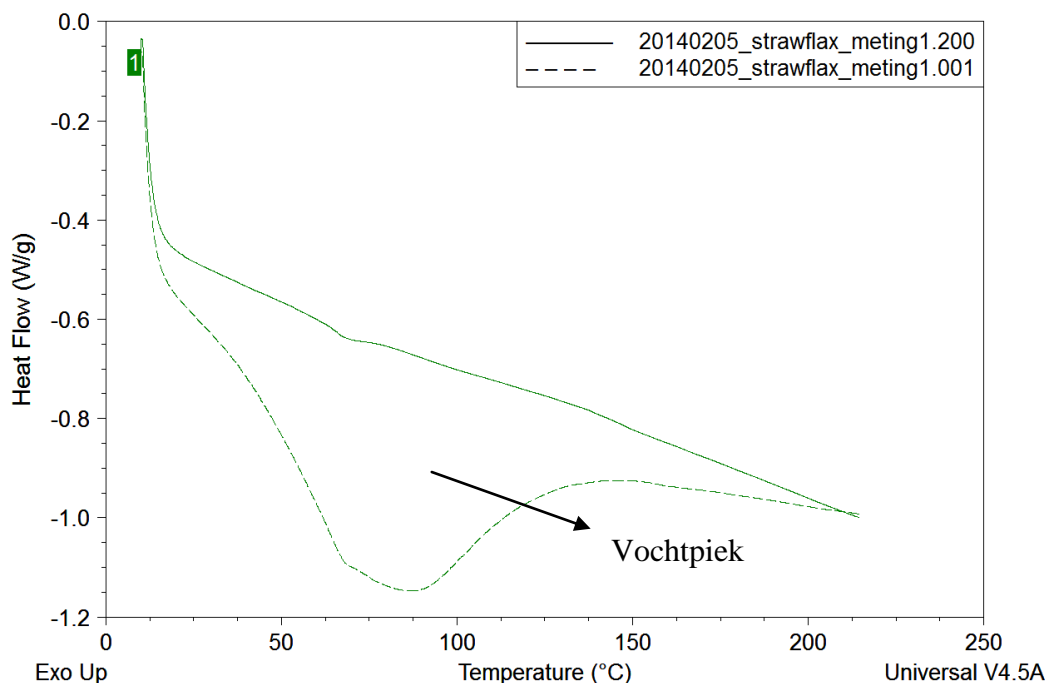
dT/dt = temperatuurtoename (°C/min)

m = massa (g)

dQ/dt = gemeten warmtestroom (W) bekomen uit het verschil gemeten uit een lege pan en een pan met saffier.

60 = omzettingsconstante (sec/min)

Vervolgens wordt een meting uitgevoerd op de vlasvezels. Hierbij wordt opgemerkt dat de vezels op voorhand gedurende 24uur op 80°C worden gedroogd. Desondanks het voordrogen kan de meting pas uitgevoerd worden na een tweede opwarming. Dit komt omdat het vlas in de eerste opwarming nog vocht vrijgeeft. Dit blijkt uit onderstaande figuur.

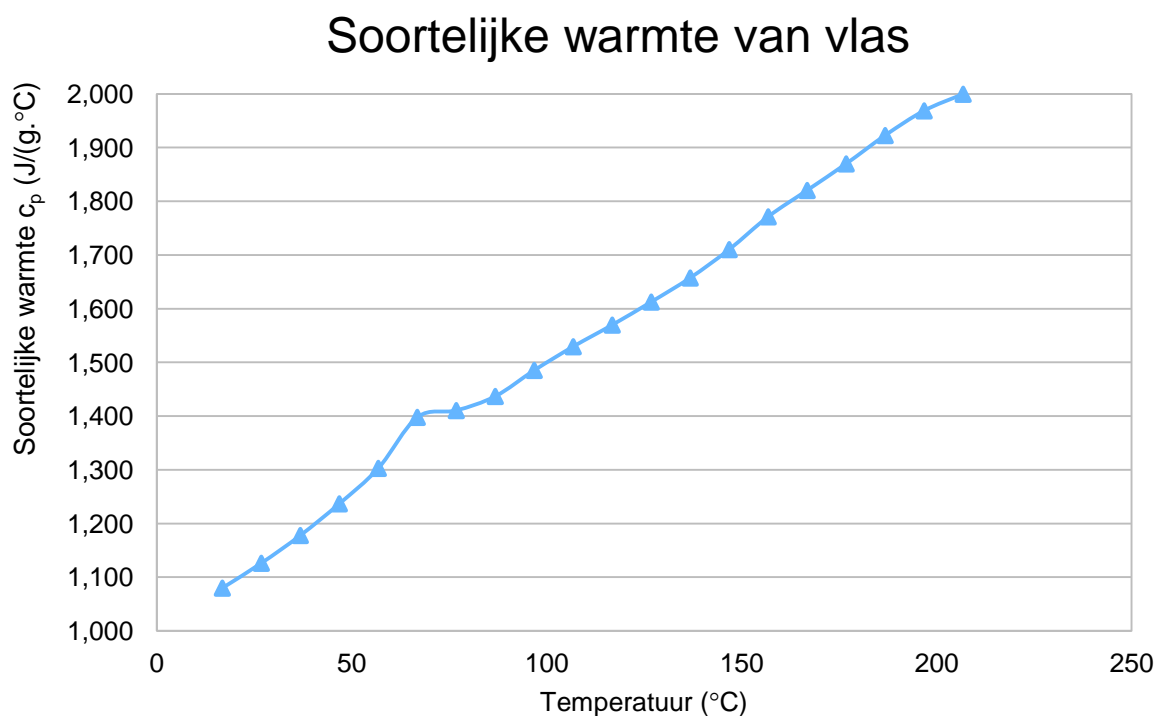


Figuur 75: Eerste (onderbroken lijn) en tweede (volle lijn) opwarming van de vlasvezels

De meting van de vlasvezels gebeurt telkens op de tweede en derde opwarming. Daarna kan met behulp van onderstaande formule [45] de c_p bepaald worden:

$$c_p (\text{vlas}) = \frac{E \cdot \frac{dQ}{dt} \cdot 60}{\frac{dT}{dt} \cdot m}$$

Van alle metingen wordt het gemiddelde genomen wat resulteert in volgend verloop (Figuur 76).



Figuur 76: Soortelijke warmte van vlas

De soortelijke warmte die wordt ingegeven in Moldflow is de soortelijke warmte bij de verwerkingstemperatuur (195°C) en bedraagt 1,969J/(g·°C). In bijlage 6 wordt een tabel weergegeven met de overige resultaten. Een andere mogelijkheid om de c_p te bepalen is het uitvoeren van een Modulated DSC (MDSC) maar de resultaten met deze methode vertonen teveel afwijking met de literatuur.

Elasticiteitsmodulus (E) van vlasvezel:

Deze waarden worden gekozen op basis van de literatuur (intern verkregen data)

$$E_1 = 50\text{GPa (longitudinaal)}$$

$$E_2 = 10\text{GPa (transversaal)}$$

Glijdingsmodulus (G) van vlasvezel:

$$G_{12} = E_1 / (2 \cdot (1 + \nu)) = 18797\text{MPa}$$

met dwarscontractiecoëfficiënt of Poisson Ratio (ν_{12}) = (ν_{23}) = 0,33 (intern verkregen data)

Tensile strength van de vlasvezel: 10000MPa. Deze grote waarde is te wijten aan de strodeeltjes aanwezig in de compound. Daarom wordt voor deze parameter dezelfde waarde genomen als voor houtvezels. (intern verkregen data)

Aspect ratio (lengte/diameter): $3000\mu\text{m}/24\mu\text{m} = 125$ (intern verkregen data)

Initiële lengte van de vezel: 6mm (intern verkregen data)

6.2 Compound

Elasticiteitsmodulus (E) van de compound op basis van de driepuntsbuigproef:

$E_1 = 1785\text{MPa}$ (longitudinaal)

$E_2 = 1322\text{MPa}$ (transversaal) en is 1,35 keer kleiner dan E_1 .

Glijdingsmodulus (G) van de compound:

$G_{12} = E_1 / (2 \cdot (1 + \nu)) = 616\text{MPa}$

met dwarscontractiecoëfficiënt of Poisson Ratio (ν_{12}) = (ν_{23}) = 0,45 [46]

Bepaling van de vezellengte na compounderen:

Er zijn verschillende methoden om de vezellengte te bepalen, maar aangezien hier met natuurlijke vezels gewerkt wordt, zijn er enkele beperkingen.

Een *eerste methode* is het verbranden van de matrix. Het probleem hierbij is dat de natuurlijke vezels veel eerder zullen verbranden dan de matrix.

Een *tweede mogelijkheid* is het oplossen van de PP matrix. Er zijn slechts weinig producten die PP kunnen oplossen en die zijn dan ook nog eens enorm schadelijk voor de gezondheid.

Bij een *derde methode* wordt de vezellengte bepaald door de vezels te kleuren met MB, de compounds aan te maken en de gekleurde pellets in de oven te leggen bij 80°C.

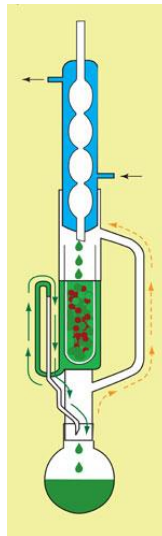
Gezien het kleurverschil enerzijds en het verloop van de melt pressure bij het compounderen anderzijds (3.3.3), worden eerst enkele testen uitgevoerd:

- Om te testen of deze kleurverandering een invloed heeft op het vochtgehalte wordt een droogtest uitgevoerd. Het groot vlas dat gedurende 2 uur in de MB oplossing werd gedrenkt bevat 1,04% vocht terwijl het vlas dat 96 uur in de oplossing verbleef 1,06% vocht bevat. Hieruit wordt besloten dat er geen uitgesproken verschil is in wateropname tussen beide verblijftijden in de oplossing.
- Uit de eerder uitgevoerde trektesten blijkt dat er wel degelijk een invloed is van het MB op de vezels die gedurende 96uur in de kleurstof verbleven.

Het gekleurde granulaat wordt in de oven op 200°C gelegd. Als het zacht genoeg is, kan het tussen een object- en dekglasje worden geplaatst met daarop een gewichtje. Het geheel zorgt ervoor dat de korrel mooi uitsmeert over het glas waardoor de vezels met een microscoop waarneembaar worden.

Bij een *vierde methode* wordt een niet-gekleurde, gebroken trekstaaf in een MB oplossing ondergedompeld. Hierdoor zal het breukvlak het MB adsorberen en heeft het MB geen invloed op het compoundeerproces. Vervolgens wordt dezelfde techniek als in de derde methode toegepast.

Voor de bepaling van de vezellengte in deze masterproef wordt onderstaande opstelling (Figuur 77) gebruikt voor het oplossen van de PP matrix. Hierbij wordt gebruik gemaakt van een Soxhlet extractor waarin xyleen wordt gebruikt voor de extractie van de vezels. Dit experiment is uitgevoerd door een extern labo.



Figuur 77: Extractie van de vlasvezels [47]

De resultaten van dit experiment zijn te vinden in Bijlage 7. Deze geven de vezellengteverdeling van het gerote strowlas na het componderen in mengverhouding 20% vlas en 80% PP/MAPP weer. Door in Moldflow de functie ‘calculate fiber breakage’ te activeren kunnen de gegevens van de vezellengte ingegeven worden. Tevens wordt uitgegaan van een initiële vezellengte van 6mm. Deze laatste waarde is een gemiddelde.

Viscositeit

Viscositeitsmetingen met het vlasvezel/PP composiet kunnen niet uitgevoerd worden op de reometer omdat de diameters van de capillairen zo klein zijn dat de vlasvezels het capillair meteen zouden verstoppem. Daarom worden de eigenschappen van de vlascompound via reverse engineering bepaald. Dit houdt in dat het spuitgieten van een trekstaaf wordt gebruikt als viscositeitsmeting. Het drukverschil nodig om het middelste stuk van de proefstaaf (= afstand tussen sensoren) te vullen wordt gemeten in functie van de tijd en daaruit wordt de viscositeit berekend met MATLAB.

Door verschillende injecteersnelheden te gebruiken bij verschillende temperaturen worden vier drukken verkregen via iteratie. Op die manier kunnen de A, B en C coëfficiënten van het second order model gevonden worden (D, E, F worden aan nul gelijkgesteld). Dit programma zit nog in de ontwikkelingsfase.

6.3 Belangrijke opties in Moldflow

Volgende parameters moeten zeker geactiveerd zijn bij het uitvoeren van een simulatie met glasvezelversterkte kunststof (PP+Vlas+MAPP):

- Mold surface temperature: 40°C
- Melt temperature: 195°C
- Voor alle producten behalve het proefbakje en de pallet wordt gekozen voor de optie Fill + Pack + Stress. Voor het proefbakje en de pallet moet uiteraard ook gekeken worden naar de warpage of kromtrekking en daarom wordt daarbij gekozen voor Fill + Pack + Warp + Stress.
- Calculate fiber oriëntation using: ARD-RSC model for long fibers (= een rekenmodel om de vezeloriëntatie in rekening te brengen)
- Apply fiber inlet condition at: injection location
- Calculate fiber breakage: yes → fiber length at inlet option: use a length distribution. Hier wordt de vezellengte ingegeven zoals weergegeven in bijlage 7. Hierbij wordt opgemerkt dat de vezellengtes in Moldflow tot en met 5999µm kunnen worden ingegeven aangezien de vezels niet langer kunnen zijn dan de initiële lengte van 6mm. Daarom worden alle waarden normaal ingegeven tot 5900µm en daarna komt de 5999µm waaraan de som van de resterende volumepercentages aan vezels gelinkt is.
- Andere parameters zijn afhankelijk van het product en/of van het uitgevoerde experiment.

7 Simulatie met ASMI 2014

Door de parameters van de vlasvezels en het composiet in de simulatiesoftware in te laden kunnen de uitgevoerde experimenten gesimuleerd worden. Dit heeft tot doel om te kijken of de simulatiesoftware de realiteit benaderd en om de nog onbekende parameters te zoeken. Het instellen van de correcte parameters is zeer moeilijk aangezien er enorm veel parameters zijn die dan nog eens onderling afhankelijk zijn van elkaar. Dit kan een invloed hebben op de resultaten maar kan er ook voor zorgen dat andere parameters moeten aangepast worden.

Opmerking: het is noodzakelijk om te werken met de 2014 versie van ASMI omdat oudere versies de Fiber/matrix debonding coëfficiënt niet in rekening brengen.

In Moldflow zijn er drie meshtypes: midplane, dual domain en 3D.

Een *midplane mesh* is een 2D oppervlak dat zich in het midden van de dikte van de figuur bevindt. Dit oppervlak is verdeeld in kleine driehoekige elementen die zijn verbonden via hun randen en nodes. Dit type mesh werkt het best wanneer het stuk dat gemodelleerd wordt een traditionele, dunwandige applicatie is.

Bij een *dual domain mesh* wordt het oppervlak van het gehele product bedekt met kleine driehoekige elementjes. Deze 2D elementjes worden ook verbonden met elkaar via hun randen en nodes. Het ontwerpstuk kan dus worden bekeken als een hol lichaam bedekt met een oppervlaktemantel. Een dual domain mesh is het meest geschikt voor dunwandige stukken.

Bij een *3D mesh* wordt het product als vol aanzien en het wordt dan ook opgebouwd uit tetraëdrische elementen. Deze 3D elementen zijn met elkaar verbonden via hun vier nodes en hun randen. Ze geven een nauwkeurige driedimensionale representatie van het model doordat een 3D analyse gebruik maakt van vergelijkingen die oplossingen geven in alle drie de richtingen. Maar dit houdt wel in dat een 3D mesh heel wat meer rekentijd in beslag neemt. Dit model van mesh is dan ook bedoeld voor ingewikkelde dikke stukken.

7.1 Spuitgietsimulatie

7.1.1 Trekstaven

Voor de simulatie van het spuitgietsproces wordt de Sabic PP PHC 27 (Bijlage 8) gekozen als 'virgin'-materiaal. Gezien de uitputting van de voorraad Daplen EE050AE en bijbestellen slechts mogelijk was in enorme hoeveelheden werd gekozen voor Sabic PP PHC 27 PP. De eigenschappen van deze PP zijn nagenoeg gelijk aan de Daplen PP, gebaseerd op de datasheet.

Eenmaal de simulatie met dit materiaal op punt staat, kan dezelfde oefening uitgevoerd worden met hetzelfde materiaal waaraan 20% vlasvezelmateriaal wordt toegevoegd (Tabel 18). De spuitgietsmachine die gebruikt wordt om deze proefstaven te spuitgieten staat reeds voorgeprogrammeerd in de software.

Ter controle van de simulatieparameters wordt steeds gekeken naar de massa van de trekstaaf en naar de vultijd van de trekstaaf. Andere zaken zoals nadruk kunnen niet vergeleken worden met de realiteit omdat er over de spuitgietsmachine steeds een verlies is over de schroef waarmee Moldflow geen rekening houdt.

Materiaal	PP		PP+MAPP+vlasvezel	
Filling control (Ram speed vs time)				
	Time (s)	Flow rate (cm³/s)	Time (s)	Flow rate (cm³/s)
	0	40	0	40
	0,85	40	0,99	40
Velocity/pressure switch-over (by injection time)				
	0,85 s		0,99 s	
Pack/holding control (% Filling pressure vs time)				
	Time (s)	Filling pressure (%)	Time (s)	Filling pressure (%)
	0	80	0	80
	10	80	10	80
Cooling time				
	40,13 s		30,71 s	

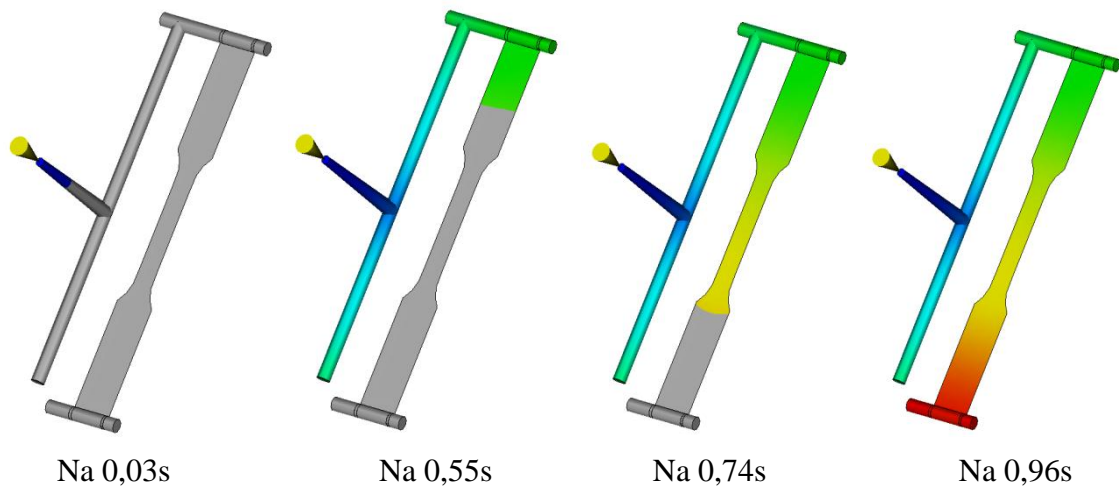
Tabel 18: Simulatieparameters trekstaven

Ter controle van de simulatieparameters worden volgende vergelijkingen uitgevoerd (Tabel 19):

	Simulatie	Gemeten	Simulatie	Gemeten
Fill time (s)	0,972	0,85	0,958	0,99
Massa plaatje (g)	23,02	21	23,34	24

Tabel 19: Controle simulatieparameters trekstaven

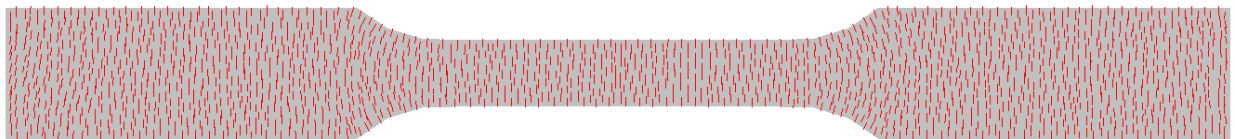
Om de oriëntatie van de vezels te verklaren wordt in onderstaande figuur een ‘gesimuleerde’ weergave van het vulproces gegeven om aan te tonen hoe de trekstaven gevuld worden.



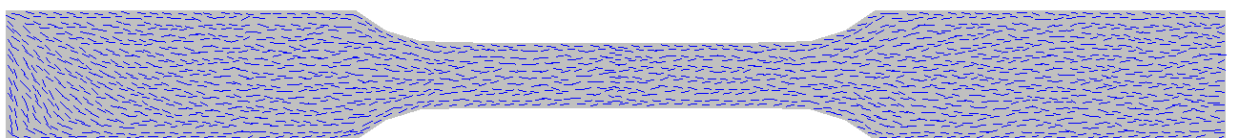
Figuur 78: Vulsimulatie van de trekstaaf

De vezels aan de rand van de trekstaaf zijn georiënteerd volgens de vloerichting (Figuur 79: blauw) en in de kern zijn de vezels niet georiënteerd volgens de vloerichting (Figuur 79: rood). Door het directe contact met de veel koudere matrijs wordt de oriëntatie van de vezels ingevroren en zorgt de kunststof voor een isolatielaag zodat de kern van het stuk traag kan koelen.

Oriëntatie in de kern:

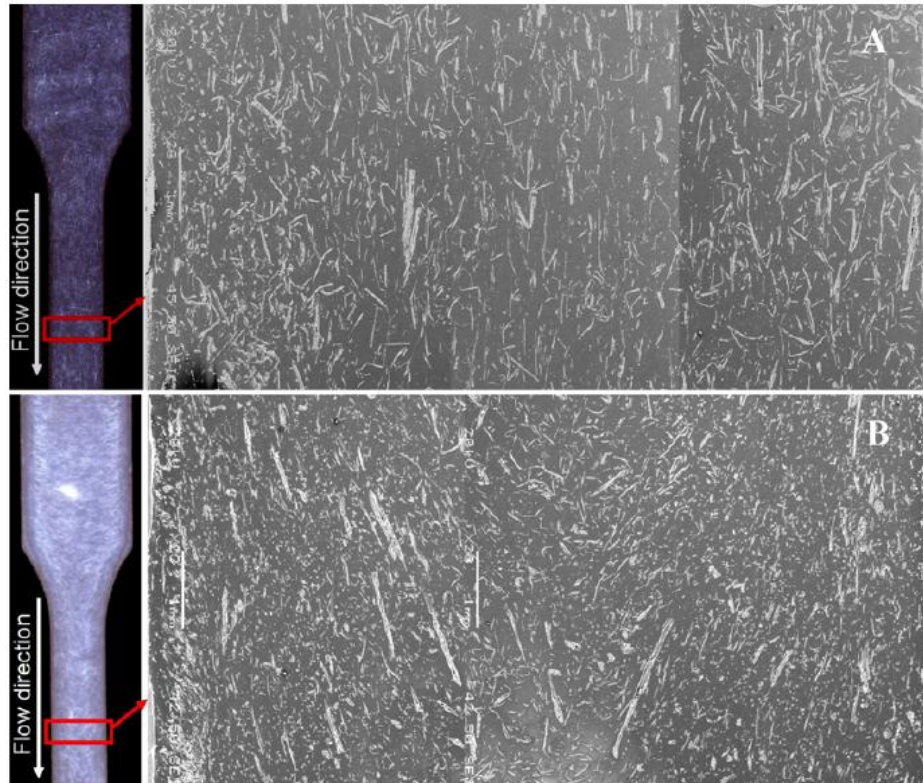


Oriëntatie aan de rand:



Figuur 79: Vezeloriëntatie aan de rand en in de kern

De literatuur [42] toont aan dat er aan de huid een goede alignering is van de vezels in de vloeirichting. In de kern van het staal verschijnt het grootste deel van de vezels als cirkels of als ellipsen wat wijst op een lage oriëntatie. Dit wordt in onderstaande figuur weergegeven.



Figuur 80: Microscopische analyse van de huid (A) en de kern (B) van een PP/vlas staal (1mm) [42]

Bij het spuitgieten is de vezellengte sterk functie van de positie binnen het voorwerp. Het vloeifront vormt een cirkelvormig patroon omheen de aanspuiting van de matrijs als gevolg van de fonteinstraming. De vezelversterkte kunststof die bij injectie tegen de matrijswand aanligt, ondervindt een hogere shear rate. Dit is de snelheidsgradiënt die de kunststof ondervindt tussen enerzijds de stromende kunststof en anderzijds de kunststof tegen de wand (stationair). Hierbij treedt er meer breuk op van de vezels met als gevolg dat de vezels hier korter zijn. Door de lage shear rate in het midden van de stroming zullen de vezels geen problemen ondervinden waardoor de vezels gelegen op het einde en in het midden van de trekstaaf ongeveer even lang zijn als de vezels bij injectie. [33] [39] [42]

7.1.2 Vierkante plaatjes

7.1.2.1 Virgin PP

Voor de simulatie van het plaatje zonder vezelversterking worden volgende parameters (Tabel 20) in Moldflow ingegeven voor een dikte van 1mm en 2mm:

Materiaal	PP		PP	
Afmetingen	150x150x1 mm ³		150x150x2 mm ³	
Filling control (Flow rate vs time)				
	Time (s)	Flow rate (cm³/s)	Time (s)	Flow rate (cm³/s)
	0	165	0	165
	0,2	100	0,35	60
Velocity/pressure switch-over (by injection pressure)				
	70,4 MPa		37 MPa	
Pack/holding control (% Filling pressure vs time)				
	Time (s)	Filling pressure (%)	Time (s)	Filling pressure (%)
	0	80	0	80
	5	80	5	80
Cooling time				
	15 s		15 s	

Tabel 20: Simulatieparameters virgin plaatje

De gegevens zijn steeds terug te vinden in de spuitgietparameters (Bijlage 3). De enige parameter die niet meteen uit de spuitgietparameters komt is de nadruk. De theorie schrijft namelijk voor dat de nadruk 80% van de injecteerdruk moet bedragen. [33]

Ter controle van de simulatieparameters worden volgende vergelijkingen uitgevoerd (Tabel 21):

	Simulatie	Gemeten	Simulatie	Gemeten
Fill time (s)	0,35	0,32	0,68	0,44
Massa plaatje (g)	20,17	19,32	38,58	37,81

Tabel 21: Controle simulatieparameters virgin plaatje

7.1.2.2 **Composiet**

Voor de simulatie van het plaatje met vezelversterking worden volgende parameters (Tabel 22) in Moldflow ingegeven voor een dikte van 1mm en 2mm:

Materiaal	PP+MAPP+vlasvezel		PP+MAPP+vlasvezel	
Afmetingen	150x150x1 mm ³		150x150x2 mm ³	
Filling control (Flow rate vs time)				
	Time (s)	Flow rate (cm³/s)	Time (s)	Flow rate (cm³/s)
	0	75	0	50
Velocity/pressure switch-over (by injection pressure)				
	89 MPa		50 MPa	
Pack/holding control (% Filling pressure vs time)				
	Time (s)	Filling pressure (%)	Time (s)	Filling pressure (%)
	0	80	0	80
	5	80	5	80
Cooling time				
	15 s		15 s	

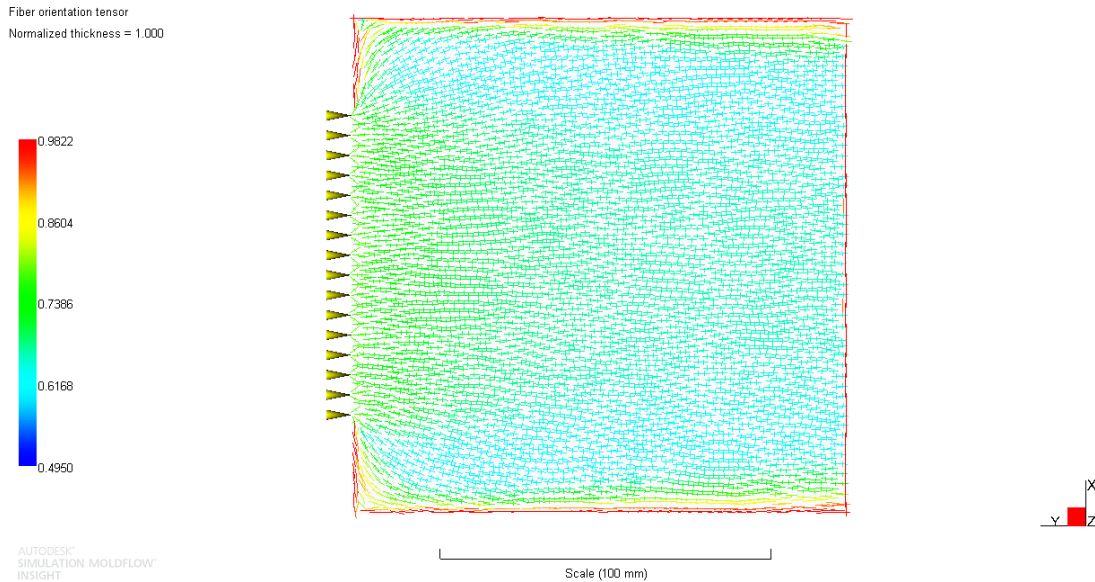
Tabel 22: Simulatieparameters composiet plaatje

De gegevens zijn steeds terug te vinden in de spuitgietparameters (Bijlage 4). Ter controle van de simulatieparameters worden volgende vergelijkingen uitgevoerd (Tabel 23):

	Simulatie	Gemeten	Simulatie	Gemeten
Fill time (s)	0,5	0,7	1,05	1,24
Massa plaatje (g)	20,10	22,96	38,47	42,04

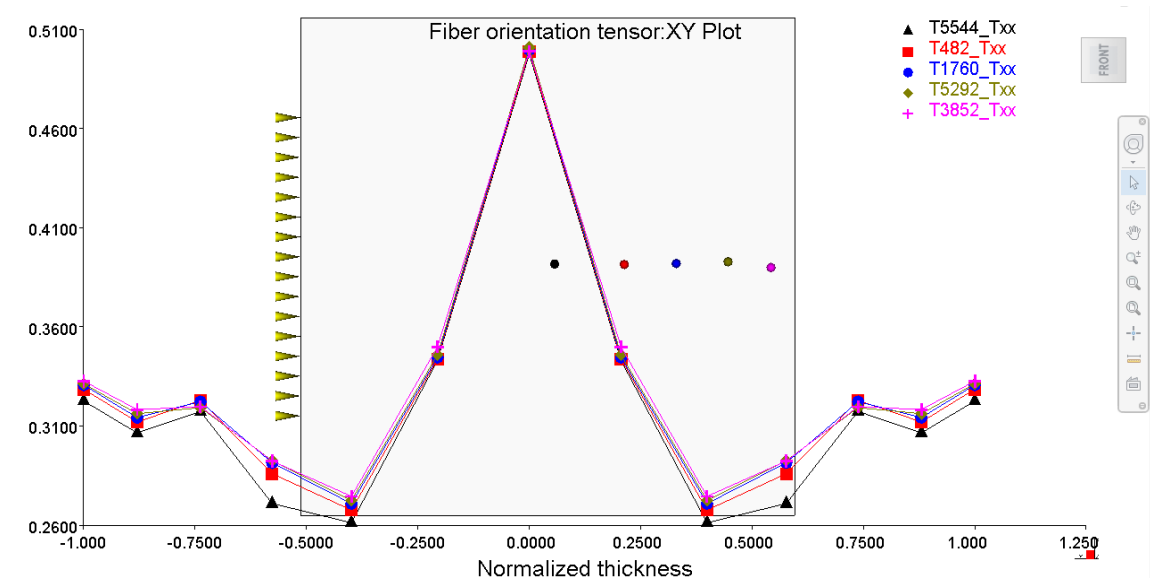
Tabel 23: Controle simulatieparameters composiet plaatje

De simulatie geeft ook de mogelijkheid om de oriëntatie van de vezels (Figuur 81) weer te geven. De fiber oriëntation tensor geeft de afwijking van de vezels weer ten opzichte van de vloeirichting. In onderstaande figuur wordt dit weergegeven voor de vezels tegen de wand (normalised thickness = 1).



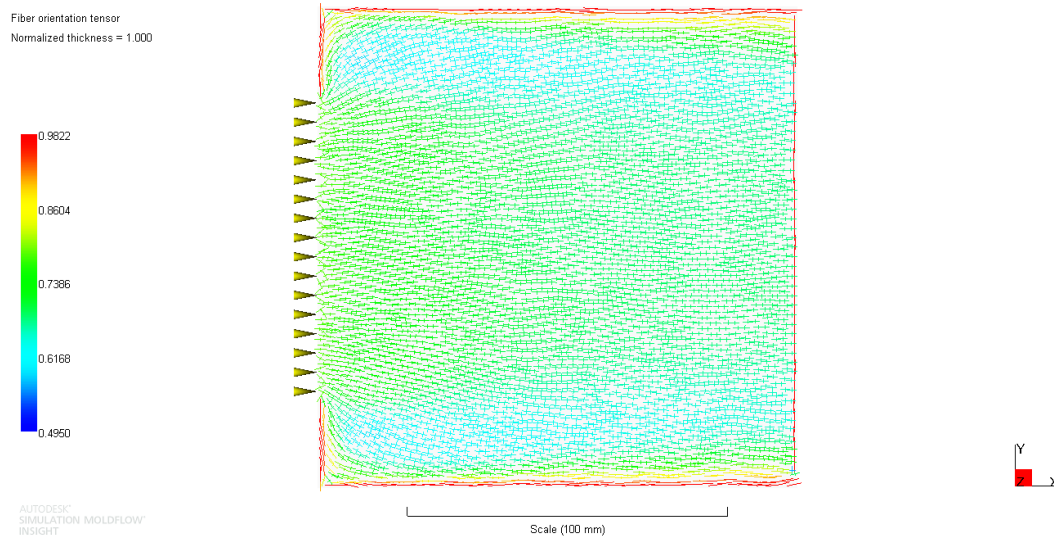
Figuur 81: Fiber orientation tensor vlasvezelversterkte plaat (150x150x1)

Onderstaande figuur geeft het verloop van de 'Fiber Oriëntation Tensor' weer doorheen de dikte met normalised thickness = 1 = tegen de wand en normalised thickness = 0 = in het midden. Dit geeft het aantal (%) vezels weer dat afwijkt ten opzichte van de vezels in de x-richting doorheen de dikte. In deze figuur is te zien dat de vezels in het midden het minst georiënteerd zijn volgens de x-as. De x-as staat loodrecht op de vloeirichting.



Figuur 82: Fiber orientation tensorverloop doorheen de dikte (150x150x1)

Hetzelfde wordt gedaan voor het plaatje met 2mm dikte:

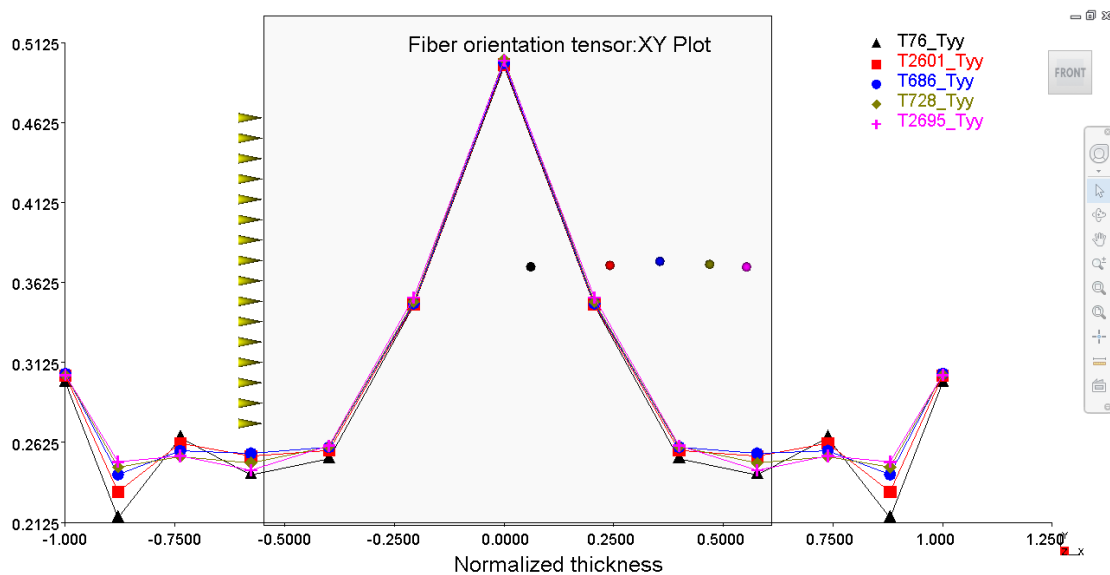


Figuur 83: Fiber orientation tensor vlasvezelversterkte plaat (150x150x2)

Op onderstaande grafiek zijn er drie grote gebieden waarneembaar:

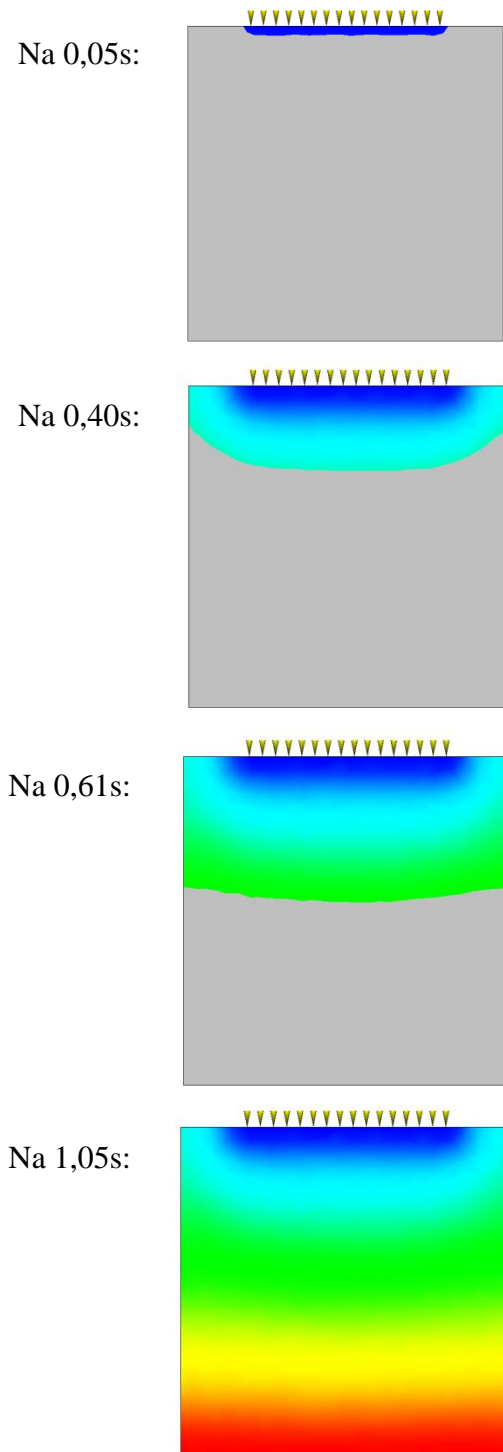
Uiterst links en rechts: deze kleine toename van de vezeloriëntatie ten opzichte van de y-richting stelt de frozen layer voor waarbij de vezels meteen vastvriezen bij contact met de matrijs.

Het relatief vlakke gedeelte: hier treedt een grote oriëntatie op door de hoge shear rate. In het midden: hier is er een lage oriëntatie door een verlaagde shear rate. Er wordt hier naar de y-richting gekeken omdat de aanspuiting op een andere zijde werd aangebracht dan bij het plaatje van 150x150x1. Voor de simulatie op zich maakt dat niets uit, men moet alleen de juiste vloerichting beschouwen. De y-as staat loodrecht op de vloerichting.



Figuur 84: Fiber orientation tensorverloop doorheen de dikte (150x150x2)

Het grote verschil tussen beide plaatjes is het gedeelte tussen $(-)0,75$ en $(-)0,50$. Dit is vlakker bij het $150 \times 150 \times 2$ plaatje omdat het dikker is en daardoor is er een duidelijk onderscheid tussen de frozen layer, het gebied met een verlaagde shear rate en het gebied met een verhoogde shear rate. Om de oriëntatie van de vezels te verklaren wordt in onderstaande figuur een 'gesimuleerde' weergave van de vultijd gegeven om aan te tonen hoe het plaatje gevuld wordt.



Figuur 85: Vulsimulatie van het vierkante plaatje ($150 \times 150 \times 2$)

7.1.3 Proefbakje

Voor de simulatie van het proefbakje (PP met vlasvezel) worden volgende parameters (Tabel 24) in Moldflow ingegeven. Aangezien de cyclustijd 45,21s bedraagt, is de injectie + nadruk + koeltijd = 45,21s – 5s, waarbij de 5s afkomstig van de matrijsopeningstijd.

Materiaal	PP+vlas	
Filling control (Flow rate vs time)	Time (s)	Flow rate (cm³/s)
	0	40
	0,8	40
Velocity/pressure switch-over (by injection time)	0,8 s	
Pack/holding control (% Filling pressure vs time)	Time (s)	Filling pressure (%)
	0	80
	10	80
Injection + packing + cooling	40,21 s	

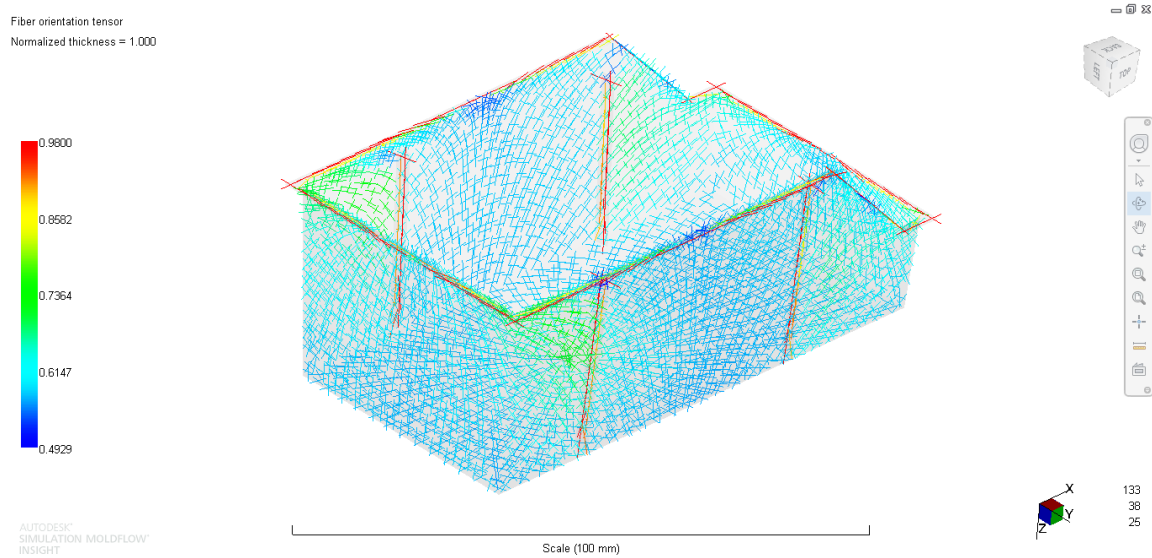
Tabel 24: Simulatieparameters composiet proefbakje

Deze gegevens resulteren in onderstaande waarden wat relatief dicht aanleunt tegen de realiteit (Tabel 25):

	Simulatie	Gemeten
Fill time (s)	0,98	0,8
Massa plaatje (g)	21,30	21,51

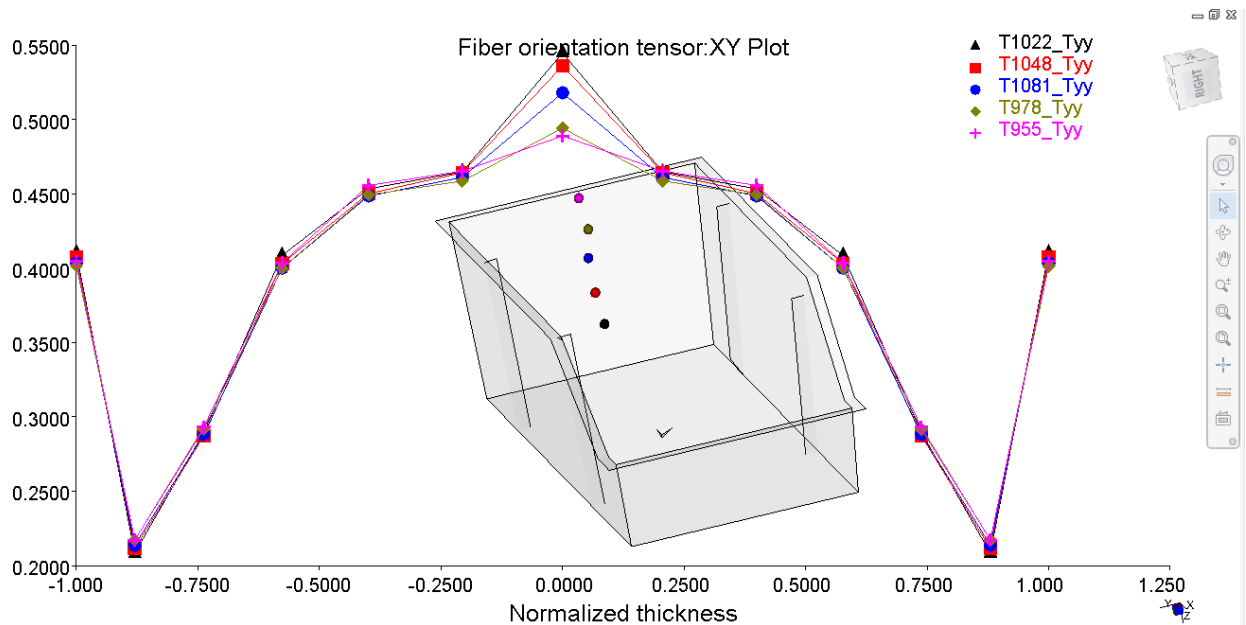
Tabel 25: Controle simulatieparameters composiet proefbakje

In Figuur 86 wordt de oriëntatie van de vezels weergegeven. Hoe meer de vezels in de vloer richting liggen, hoe meer de waarde naar 1 zal gaan. Bij 0 liggen de vezel 90° gedraaid ten opzichte van de vloer richting. Figuur 87 geeft dit verloop op een grafiek weer doorheen de dikte van het bakje.



Figuur 86: Fiber orientation tensor van het proefbakje

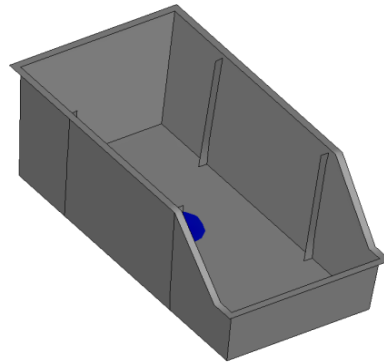
Uiterst links en rechts: de toename van de vezeloriëntatie ten opzichte van de y-richting stelt de frozen layer voor waarbij de vezels meteen vastvriezen bij contact met de matrijs. In het midden: hier is er een lage oriëntatie door een verlaagde shear rate.



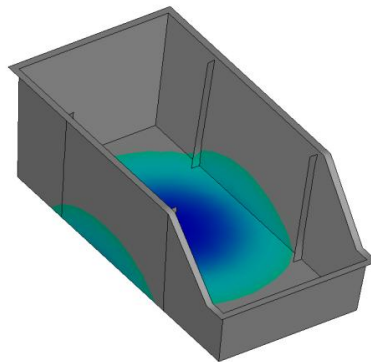
Figuur 87: Fiber orientation tensorverloop doorheen de dikte

Om de oriëntatie van de vezels te verklaren wordt in onderstaande figuur een ‘gesimuleerde’ weergave van de vultijd gegeven om aan te tonen hoe het proefbakje gevuld wordt.

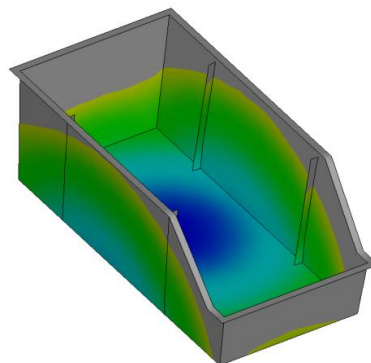
Na 0,18s:



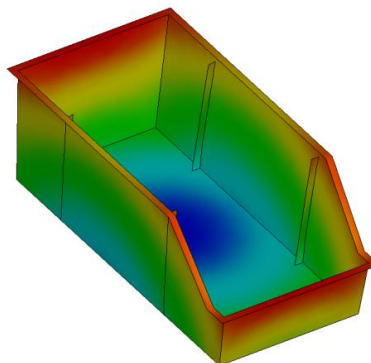
Na 0,42s:



Na 0,71s:



Na 0,94s:

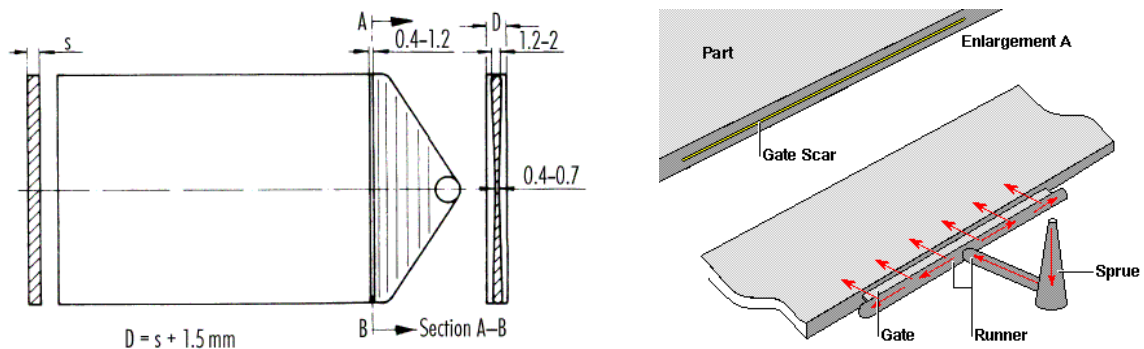


Figuur 88: Vulsimulatie van het proefbakje

7.2 Technische eigenschappen

In wat volgt worden de eerder uitgevoerde experimenten gesimuleerd. Merk echter op dat deze experimenten slechts een controle zijn om te kijken of de parameters van de vlasvezel en de compound gebruikt in de simulatie wel degelijk correct zijn. Als uit dit onderdeel blijkt dat de gesimuleerde waarden overeenkomen met de realiteit dan mag dit toegepast worden op de pallet (zie verder). In Moldflow wordt steeds gekozen om met de midplane mesh te werken aangezien de andere meshtypes (3D en dual domain) geen belastingsproeven toelaten.

Er wordt opgemerkt dat men niet zomaar alle data uit de Moldflow database kan/mag halen. Men moet steeds kritisch zijn ten opzichte van deze data. Concreet houdt dit in dat de mensen bij Moldflow bijvoorbeeld de E_1 en E_2 zullen bepalen met een fan gate. Hierbij is het verdeelkanaal waaivormig uitgevoerd waarbij de aanspuitgleuf aan de randen breder is dan in het midden. Zo creëert men een nog betere, parallelle stroom van de kunststof in het product zoals links in onderstaande figuur wordt weergegeven.



Figuur 89: Fan gate (links) en film gate (rechts) [38]

Klopt deze E_1 en E_2 dan perfect voor de vierkante plaatjes gemaakt in het VKC te Kortrijk? Neen, aangezien deze gemaakt werden met een filmaanspuiting (rechts in bovenstaande figuur). Dit heeft een invloed op de oriëntatie van de vezels en dat heeft op zijn beurt een invloed op de stijfheidsmoduli.

Dit ene voorbeeld geeft aan hoe moeilijk het zal worden om alle data correct in de software te programmeren. Zoals eerder vermeld zijn deze data onderling afhankelijk van elkaar. [38]

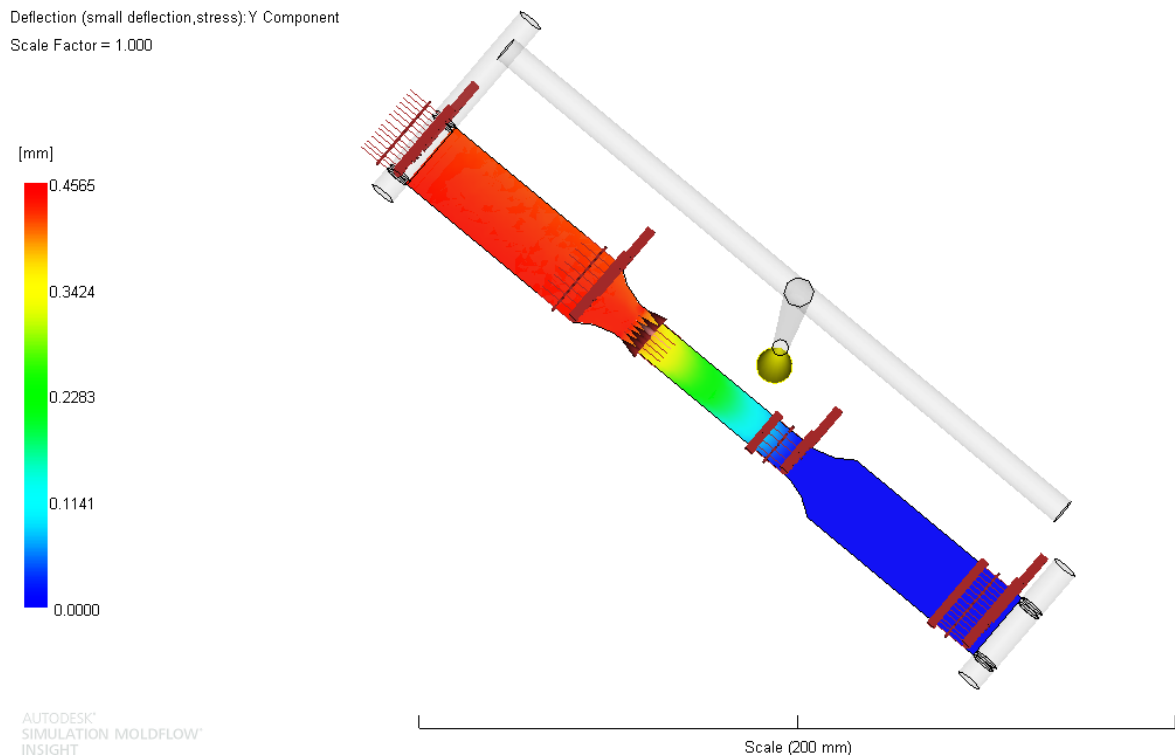
7.2.1 Trekproef

Met de simulatie van de trekproef is het de bedoeling de stijfheidsmodulus te bepalen. Deze kan bepaald worden uit volgende vergelijking [48].

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} = \frac{F \cdot L_0}{A_0 \cdot \Delta L}$$

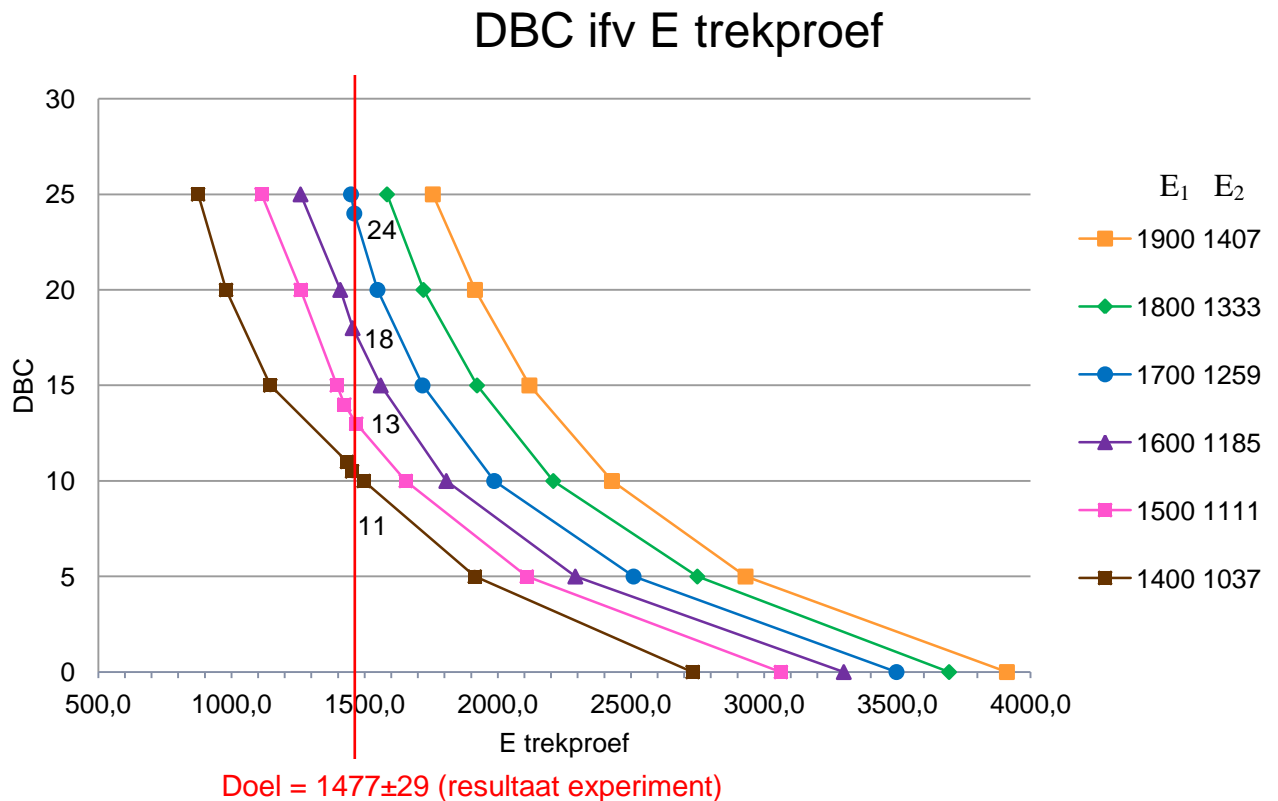
Naast het bepalen van de stijfheidsmodulus heeft deze proef tot doel om een indicatie te krijgen van de “debonding coefficient (DBC)” in Moldflow. Als deze waarde nul is, dan wijst dit op een 100% hechting tussen de matrix en de vezels. De bepalende factor in dit verhaal is het MAPP. Deze waarde wordt gevonden door de waarde constant aan te passen en de resultaten te vergelijken met de realiteit.

Voor de trekproef wordt steeds gekeken naar de deflection in y-richting en er wordt gekeken hoeveel de verlenging bedraagt op de plaats waar normaal de breuk zou optreden. Dit wordt geïllustreerd in Figuur 90. Hieruit wordt dan de stijfheidsmodulus bepaald.



Figuur 90: Simulatie van de trekproef

Om de parameters verder op punt te stellen wordt de longitudinale elasticiteitsmodulus E_1 bij verschillende simulaties van de trekproef gevarieerd totdat deze overeenkomt met de realiteit. De glijdingsmodulus staat eigenlijk ook nog niet op punt maar aangezien de poisson ratio nu al op 0,45 staat mag deze niet veel hoger genomen worden omdat een poisson ratio van 0,5 wijst op een rubber. Daarom is de glijdingsmodulus enkel afhankelijk van E_1 . Tevens blijkt uit voorgaande experimenten dat $E_1 = 1,35 \cdot E_2$, ook deze verhouding wordt steeds in acht genomen. Door dan de DBC te variëren wordt de optimale E_1 gezocht (Figuur 91).



Figuur 91: Debondingcoefficient ifv E trekproef

Besluit:

Uit voorgaande grafiek wordt besloten dat er steeds een tweestrijd heerst tussen enerzijds E_1 en anderzijds de DBC. Indien wordt gekozen voor een zeer hoge E_1 (>2000MPa), zal de hechting tussen de vezel drastisch dalen (lage DBC). Dit kan uiteraard niet aangezien het MAPP in de compound werd toegevoegd om de hechting tussen vezel en matrix te optimaliseren. Welke waarde nu exact benodigd is, zal blijken uit verdere testen.

Onderstaande tabel geeft de resultaten van de gesimuleerde trekproef weer. Ter vergelijking worden deze naast de experimenteel bepaalde waarden gelegd.

	Stijfheidsmodulus (MPa)		
	Experiment	Simulatie	PA (%)
Virgin PP	939±18	932	0,8
Compound ($E_1=1400$, DBC= 11)	1477±29	1453	1,7
Compound ($E_1=1500$, DBC= 13)	1477±29	1460	1,2
Compound ($E_1=1600$, DBC= 18)	1477±29	1455	1,5
Compound ($E_1=1700$, DBC= 24)	1477±29	1462	1,0

Tabel 26: Resultaat simulatie trekproef trekstaven

De procentuele afwijking (PA) wordt bekomen door:

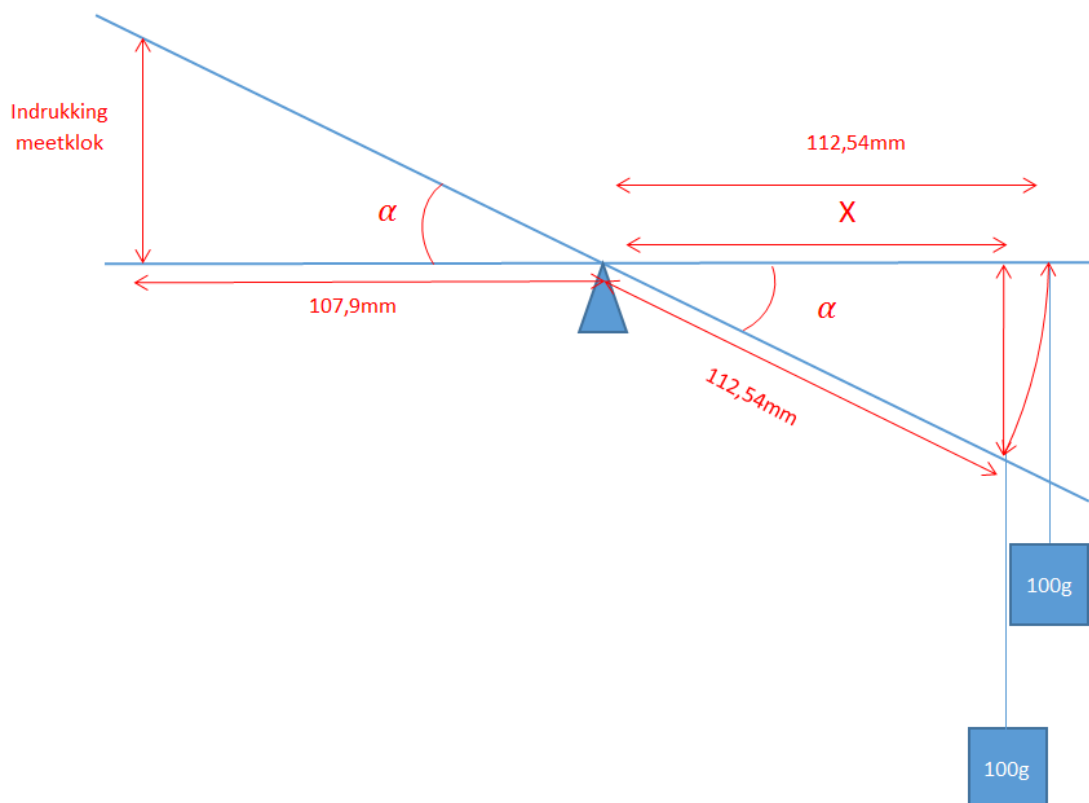
$$\text{Procentuele afwijking} = \frac{x_{\text{experiment}} - x_{\text{simulatie}}}{x_{\text{simulatie}}} \cdot 100\%$$

7.2.2 Torsieproef

Met de simulatie van de torsieproef is het de bedoeling de glijdingsmodulus te bepalen. Om de torsieproef in Moldflow te simuleren wordt de inklemming op dezelfde plaats aangebracht als in het experiment. Eerst wordt berekend welke kracht moet aangebracht worden op de trekstaaf in de simulatie op basis van de experimenteel uitgevoerde torsieproef.

Naast het bepalen van de glijdingsmodulus heeft deze proef tot doel om de “debonding coefficient” in Moldflow vast te leggen. Deze wordt bepaald door de resultaten te synchroniseren op basis van de resultaten van de trekproef.

Benodigde kracht in de simulatie op basis van de MB vezelversterkte trekstaaf:



Figuur 92: Wiskundige opstelling torsieproef

Figuur 92 geeft de verplaatsing weer die de buis maakt bij het aanhangen van de massa. Voor de berekening van de torsie wordt in eerste instantie de indrukking van het meetklokje afgelezen. Dan kan de hoek alfa worden bepaald met de formule:

$$\tan(\alpha) = \frac{\text{indrukking meetklokje}}{107,9\text{mm}} = \frac{2,553\text{mm}}{107,9\text{mm}}$$

$$\alpha = 1,36^\circ$$

Nu de hoek alfa gekend is, kan de afstand x bepaald worden. Dit is de afstand tot het punt waarop de kracht aangrijpt:

$$\cos(1,36) = \frac{x}{112,54mm}$$

$$x = 112,51mm$$

Het meetklokje oefent echter ook een bepaalde weerstand uit die in rekening moet worden gebracht. Hierbij wordt het verschil genomen van de massa van het gewichtje en de massa nodig om de verplaatsing te maken op het meetklokje. Dit wordt gemeten door het meetklokje op een weegschaal te plaatsen en te kijken welke massa hiermee overeenkomt. Hieruit wordt de werkelijke massa bekomen die gebruikt wordt om de proefstaaf te verdraaien.

Massa gewicht: 102g

Massa verplaatsing meetklokje: 83g

$$F = (102 - 83)g \cdot 9,81 \frac{m}{s^2} \cdot 1000 \frac{g}{kg}$$

$$F = 0,18639N$$

Het corresponderende torsiemoment is dan:

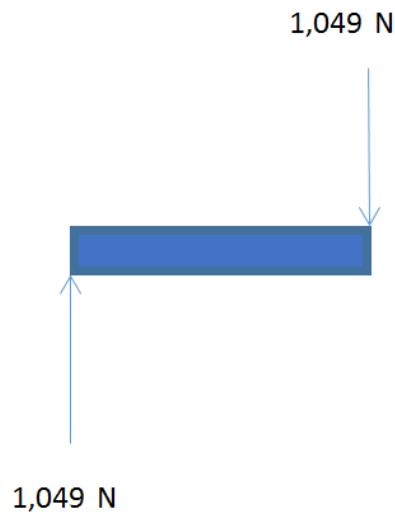
$$M = F \cdot r = 0,18639N \cdot 0,11251m$$

$$M = 0,02097Nm$$

Om te bepalen over welke afstand de proefstaaf uiteindelijk zal draaien, wordt het torsiemoment gedeeld door de halve breedte van de trekstaaf (10mm). Deze kracht wordt dan in de simulatiesoftware ingegeven (Figuur 93):

$$\frac{0,02097Nm}{0,010m} = 2,097N$$

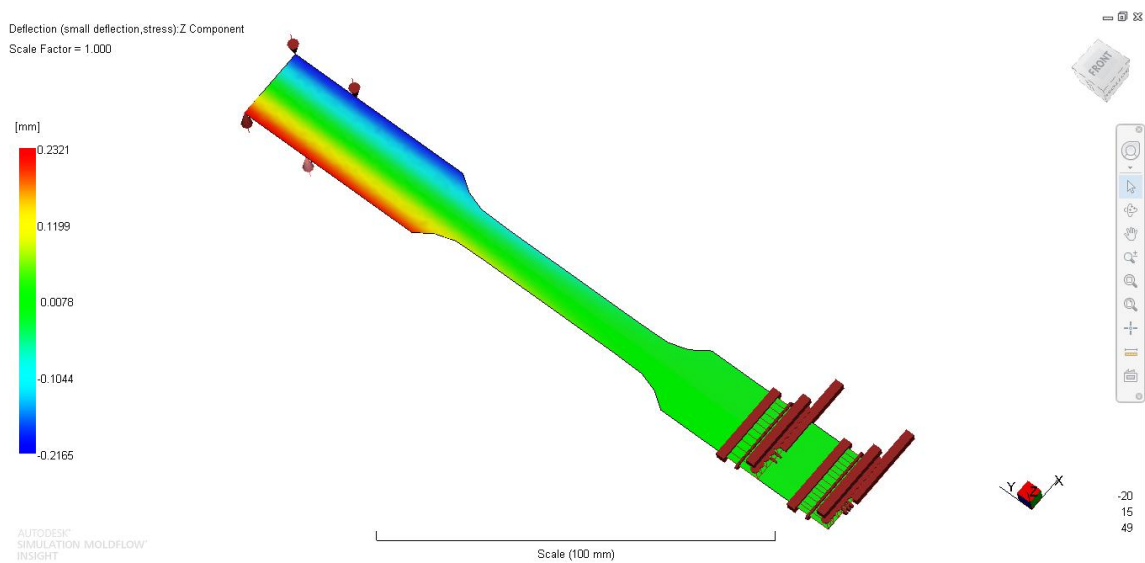
$$\frac{2,097N}{2} = 1,049N$$



Figuur 93: Kracht uitgeoefent op de trekstaaf (vooraanzicht)

In principe grijpen er niet twee krachten aan, maar vier aangezien de proefstaaf in een buis is aangebracht. Daarom wordt de diameter van de buis gemeten en wordt op de plaats waar de proefstaaf in en uit de buis komt, een kracht aangebracht.

Het ASMI-softwarepakket geeft dan de gesimuleerde verdraaiingsafstand van de trekstaaf weer (Figuur 94).



Figuur 94: Torsieproef op een trekstaaf in Moldflow

Besluit

Bij deze proef wordt voortgebouwd op de parameters bekomen uit de resultaten van de trekproef. Uit deze resultaten weergegeven in Tabel 27 blijkt dat het compound met $E_1 = 1600\text{MPa}$, een $\text{DBC} = 18$ en $G = 552\text{MPa}$ de kleinste procentuele afwijking oplevert en binnen de grenzen van de standaardafwijking ligt.

	Verdraaiingsafstand (mm)		
	Experiment	Simulatie	PA (%)
Virgin PP	0,412±0,011	0,418	1,4
Compound ($E_1=1400\text{MPa}$, $\text{DBC}= 11$, $G=483\text{MPa}$)	0,237±0,013	0,308	23
Compound ($E_1=1500\text{MPa}$, $\text{DBC}= 13$, $G=517\text{MPa}$)	0,237±0,013	0,263	10
Compound ($E_1=1600\text{MPa}$, $\text{DBC}= 18$, $G=552\text{MPa}$)	0,237±0,013	0,232	2
Compound ($E_1=1700\text{MPa}$, $\text{DBC}= 24$, $G=586\text{MPa}$)	0,237±0,013	0,220	8

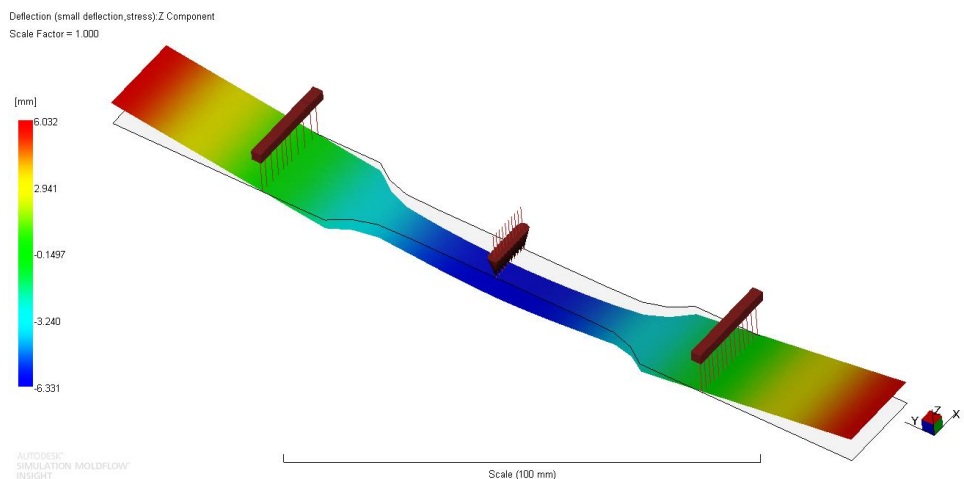
Tabel 27: Verdraaiingsafstand van de trekstaaf (simulatie)

7.2.3 Driepuntsbuigproef

Voor de driepuntsbuigproef wordt de realiteit zo goed als mogelijk benaderd. Hierbij wordt gekeken welke kracht benodigd is om 1mm doorbuiging te bekomen in het uitgevoerde experiment. Deze kracht wordt dan gedeeld door het aantal nodes dat benodigd is om de kracht te verdelen over de gehele lengte van de trekstaaf of het plaatje. Zo bekomt men, net zoals in het uitgevoerde experiment, een lijn van nodes die allemaal dezelfde belasting uitoefenen op de proefstaaf.

7.2.3.1 Trekstaven

Voor de driepuntsbuigproef worden de ondersteuning op 56,51mm van elkaar verwijderd. Op deze manier wordt het uitgevoerde experiment het best benaderd. Aangezien de afstand tussen de ondersteuning, de gebruikte kracht, de breedte en de hoogte gekend zijn, kan met de eerder gebruikte formule de elasticiteitsmodulus worden bepaald. De doorbuiging wordt dan uit Moldflow afgelezen. Voor de buigproef wordt steeds gekeken naar de deflection in z-richting. Dit wordt aangegeven in onderstaande figuur.



Figuur 95: Simulatie van de driepuntsbuigproef op een trekstaaf

Besluit:

Onderstaande tabel geeft de resultaten van de gesimuleerde driepuntsbuigproef weer. Ter vergelijking worden deze naast de experimenteel bepaalde waarden gelegd. De gebruikte parameters in deze proef zijn deze bekomen uit de torsieproef: $E_1 = 1600\text{MPa}$, een DBC = 18 en $G = 552\text{MPa}$. De resultaten worden aanvaard op basis van de standaardafwijkingscriteria.

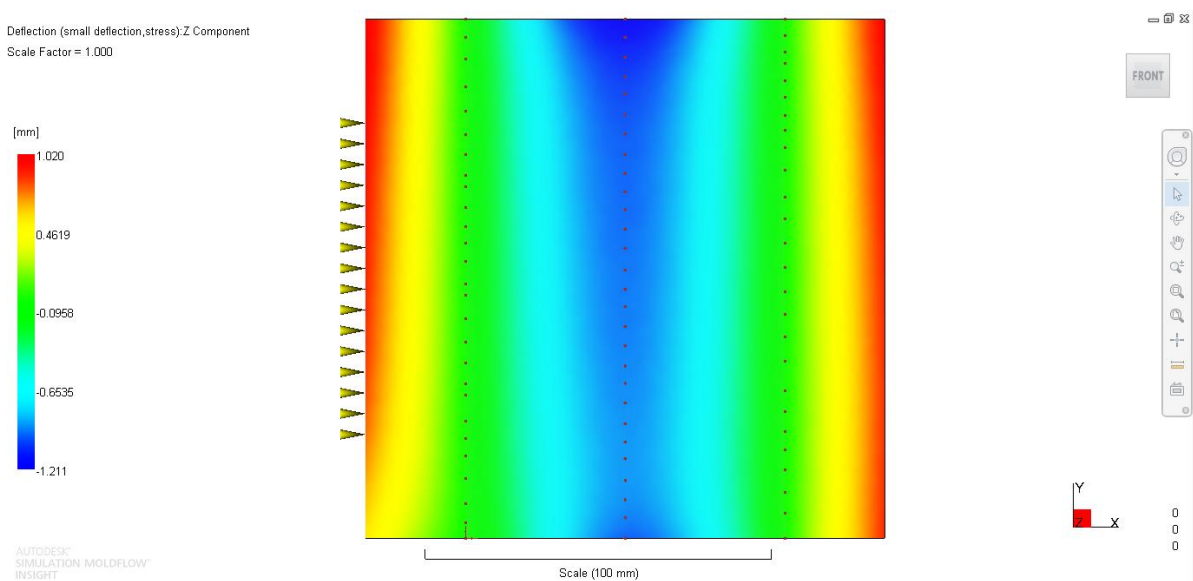
	Buigmodulus (MPa)		
	Experiment	Simulatie	PA (%)
Virgin PP	926±16	942	1,7
Compound	1504±59	1485	1,3

Tabel 28: Resultaat simulatie driepuntsbuigproef trekstaven

7.2.3.2 Vierkante plaatjes

De vierkante plaatjes zijn 150mm lang en over deze afstand zijn 28 nodes verspreid die allemaal op een gelijke afstand van elkaar verwijderd moeten zijn. Door ervoor te zorgen dat elke node $1/28^{\text{ste}}$ van de belasting draagt wordt op die manier een gelijk verdeelde belasting bekomen. De belasting haalt men uit het eerder uitgevoerde experiment. Hieruit kan dan de stijfheidsmodulus worden bepaald met dezelfde formule zoals afgeleid bij de uitvoering van het experiment. Bij de analyse wordt de warpige bewust afgezet omdat deze ervoor zorgt dat de plaatjes gaan kromtrekken waardoor de driepuntsbuigproef (en later ook de buigproef) niet kunnen worden uitgevoerd. De warpige mag tevens ook weggelaten worden aangezien de plaatjes in het experiment geannealed werden.

In onderstaande figuur wordt aangetoond hoe een driepuntsbuigproef volgens de vloer richting op een composieten plaatje wordt uitgevoerd in Moldflow.



Figuur 96: Simulatie van de driepuntsbuigproef op een plaatje (150x150x2)

In bovenstaande figuur is duidelijk te zien dat er een afwijking is op het einde van de belasting (donkerblauwe gebied). Hieruit wordt besloten dat het aanbrengen van een kracht over 28 nodes te weinig is om een gelijk belaste verdeling te hebben. Om dit probleem ietwat te omzeilen wordt daarom de gemiddelde doorbuiging genomen van alle nodes.

Besluit:

Onderstaande tabel geeft de resultaten van de gesimuleerde driepuntsbuigproef weer. Ter vergelijking worden deze naast de experimenteel bepaalde waarden gelegd. De gebruikte parameters in deze proef zijn: $E_1 = 1600\text{MPa}$, een DBC = 18 en $G = 552\text{MPa}$. De afwijking ligt ook hier binnen de grenzen van het 3σ -gebied.

	Buigmodulus (MPa)		
	Experiment	Simulatie	PA (%)
Virgin PP dwars op de vloeirichting	1013±13	1018	0,5
Composiet plaatje 1 dwars op de vloeirichting	1328±25	1351	1,7
Composiet plaatje 2 dwars op de vloeirichting	1314±22	-	-
Virgin PP volgens de vloeirichting	1090±18	1091	0,1
Composiet plaatje 1 volgens de vloeirichting	1779±29	1790	0,6
Composiet plaatje 2 volgens de vloeirichting	1782±11	-	-

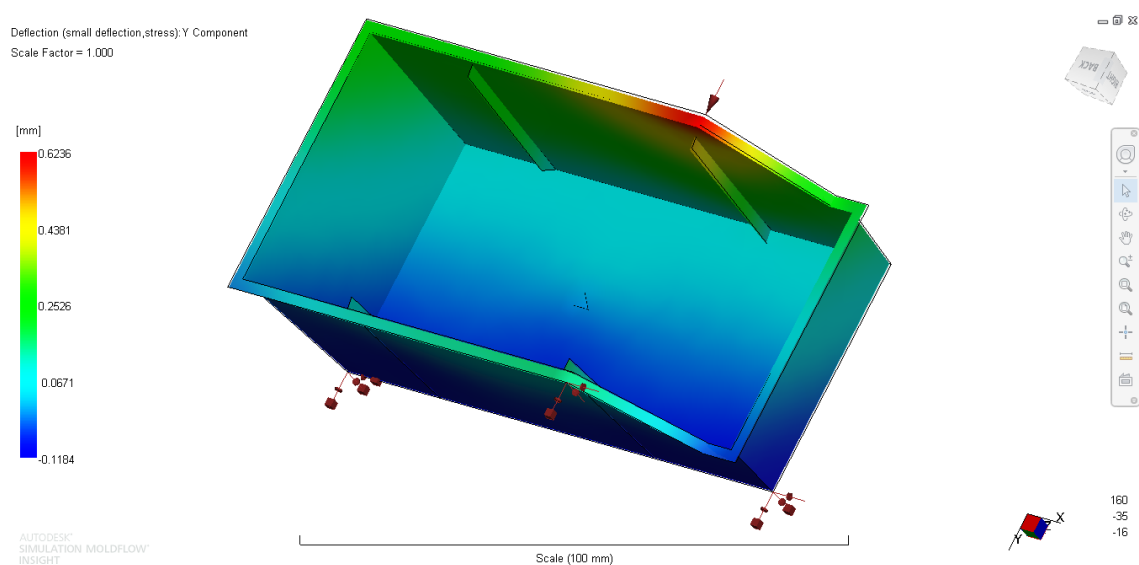
Tabel 29: Resultaat simulatie driepuntsbuigproef vierkante plaatjes (150x150x2)

7.2.4 Buigproef

7.2.4.1 Proefbakje

Met een simulatie wordt de vervorming van het proefbakje onder invloed van een belasting bepaald net zoals in het uitgevoerde experiment. De mate van vervorming hangt af van de lokale vezeloriëntatie wat op zijn beurt weer afhangt van de spuitgietparameters. In Moldflow wordt de kracht ingegeven waarmee wordt gedrukt (1N) en vervolgens wordt de doorbuiging afgelezen.

Dit is de eerste simulatie die niet met film, pack en stress wordt uitgevoerd, maar met fill, pack, warp en stress. Dit wordt niet uitgevoerd bij de vierkante plaatjes en de trekstaven omdat deze geannealed werden.



Figuur 97: Puntbelasting op een proefbakje (simulatie)

Besluit:

Voor een debonding coefficient gelijk aan 18 bedraagt de doorbuiging 0,62 mm (Figuur 97). Dit komt quasi perfect overeen met de experimentele waarde zoals weergegeven in onderstaande tabel.

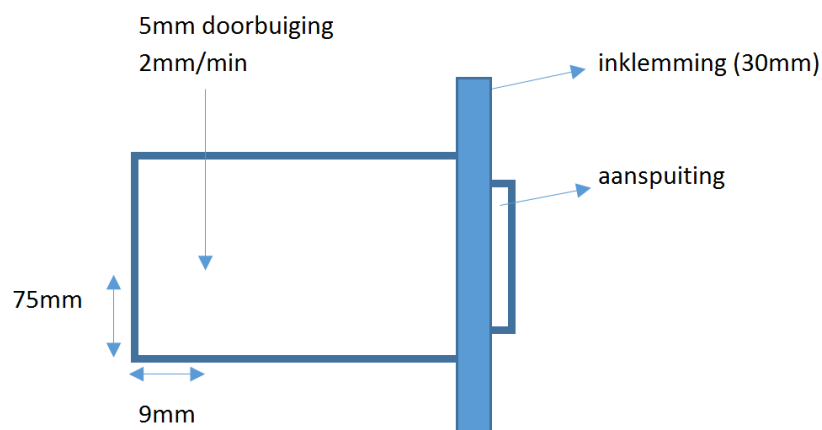
Doorbuiging (mm)		
Experiment	Simulatie	PA (%)
0,60±0,03	0,62	3,2

Tabel 30: Resultaat simulatie buigproef proefbakje

7.2.4.2 Vierkante plaatjes

In Moldflow wordt een plaatje met een dikte 2mm ingeklemt met dezelfde afmetingen als in het eerder uitgevoerd experiment (Figuur 98, 99 en 100). Er wordt tevens een puntbelasting geplaatst op het plaatje. De kracht die nodig was in het eerder uitgevoerde experiment om een doorbuiging van 1mm te bekomen wordt nu als gegeven in de simulatiesoftware ingegeven. Deze zal op zijn beurt de doorbuiging bepalen. Indien alles goed gaat moet deze op elke plaats een doorbuiging van 1mm bekomen en wordt vervolgens de stijfheidsmodulus bepaald.

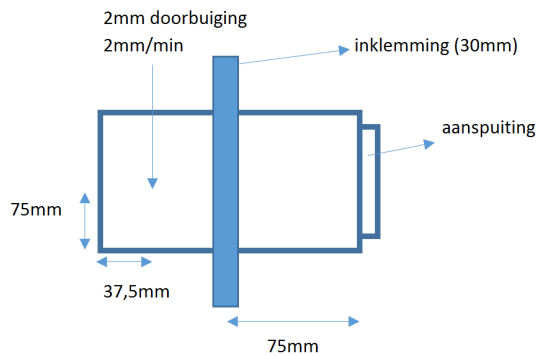
Onderstaande tabellen (Tabel 31, 32 en 33) geven de stijfheidsmodulus weer die met behulp van de door de software berekende doorbuiging wordt bekomen. De resultaten onder exp. zijn afkomstig van het uitgevoerde experiment en de getallen onder sim. zijn afkomstig van de simulatie.



Figuur 98: Buigproef plaatje (150x150x2) met de inklemming op het uiteinde

	Inklemmen van het plaatje op het uiteinde								
	Virgin			Composiet (bovenkant)			Composiet (onderkant)		
	Exp.	Sim.	PA (%)	Exp.	Sim.	PA (%)	Exp.	Sim.	PA (%)
E₁ (MPa)	858	1063	24	754	1353	79	991	1378	39
E₂ (MPa)	704	1061	51	803	1330	66	668	1362	104
E₃ (MPa)	692	1013	46	897	1341	49	945	1350	43
E₄ (MPa)	619	1058	71	740	1336	81	668	1325	98

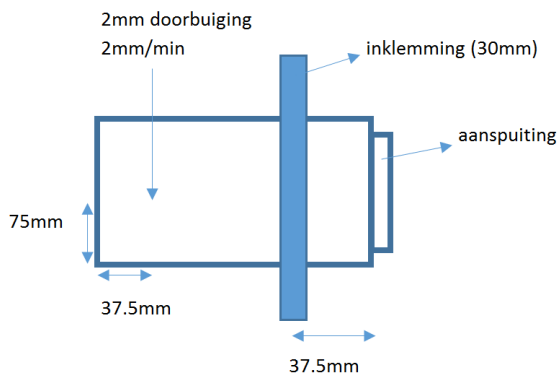
Tabel 31: Resultaten buigproef plaatje (150x150x2) met de inklemming op het uiteinde



Figuur 99: Buigproef plaatje (150x150x2) met de inklemming op de helft

	Inklemmen van het plaatje op de helft								
	Virgin			Composiet (bovenkant)			Composiet (onderkant)		
	Exp.	Sim.	PA (%)	Exp.	Sim.	PA (%)	Exp.	Sim.	PA (%)
E₁ (MPa)	263	605	130	295	816	177	378	866	129
E₂ (MPa)	290	620	114	305	831	172	319	897	181
E₃ (MPa)	335	665	99	256	855	234	313	845	170
E₄ (MPa)	322	637	98	248	835	237	300	861	187

Tabel 32: Buigproef plaatje (150x150x2) met de inklemming op de helft

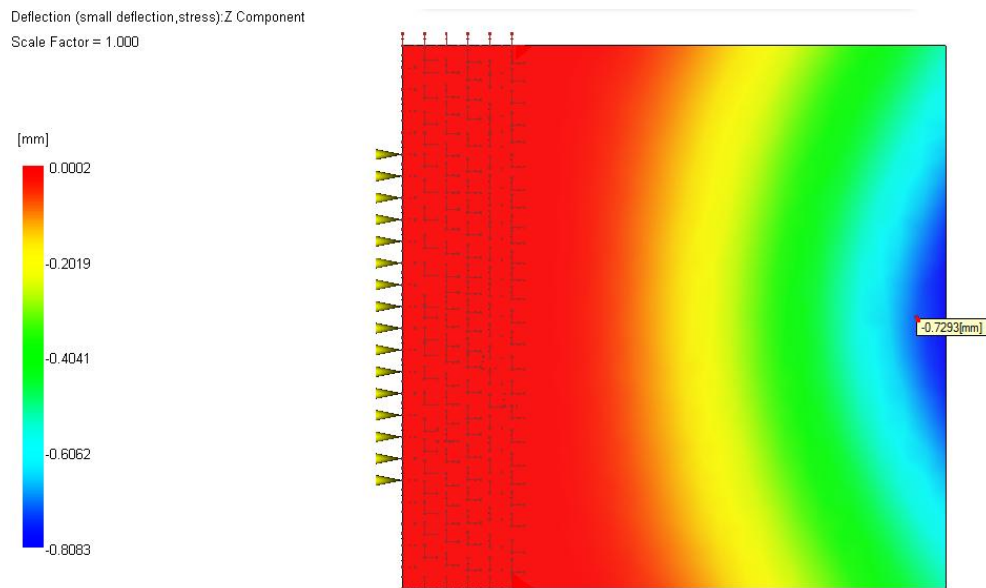


Figuur 100: Buigproef plaatje (150x150x2) met de inklemming op een vierde

	Inklemmen van het plaatje op een vierde								
	Virgin			Composiet (bovenkant)			Composiet (onderkant)		
	Exp.	Sim.	PA (%)	Exp.	Sim.	PA (%)	Exp.	Sim.	PA (%)
E₁ (MPa)	650	1078	66	835	1332	60	856	1364	59
E₂ (MPa)	592	1042	76	717	1348	88	794	1349	70
E₃ (MPa)	664	1087	64	674	1341	99	606	1369	126
E₄ (MPa)	623	1050	69	612	1385	126	590	1358	130

Tabel 33: Buigproef plaatje (150x150x2) met de inklemming op een vierde

In onderstaande figuur wordt een simulatie van een buigproef weergegeven op een composiet plaatje, ingeklemd op de rand waarbij de doorbuiging wordt weergegeven.



Figuur 101: Simulatie van de buigproef op een plaatje (150x150x2)

Besluit:

De proef heeft tot doel een indicatie te krijgen van de longitudinale en transversale elasticiteitsmodulus om de resultaten uit voorgaande proeven te bevestigen of te betwisten.

De resultaten van het experiment met de vierkante plaatjes komt helemaal niet goed uit als gevolg van de ruis en de te kleine krachten waarmee gemeten werd. Tevens moet rekening gehouden worden met de inklemming die in realiteit niet echt een inklemming is maar eerder een scharnier terwijl Moldflow dit echter wel als een echte inklemming ziet. De belangrijkste reden dat dit resultaat niet goed uitkomt is omdat het plaatje geen ligger is en dat hier dus niet de juiste formules gebruikt worden. De correcte formules dienen te worden opgezocht in de gespecialiseerde literatuur.

De resultaten van de simulatie bij de inklemming op het einde en bij de inklemming op een vierde liggen bij elkaar omdat de afstand van de inklemming en de belasting ver genoeg uiteen liggen om de invloed van de vezels in rekening te brengen. Deze resultaten neigen echter naar de transversale stijfheidsmodulus die in Moldflow wordt ingesteld en niet naar de longitudinale stijfheidsmodulus.

Deze proef is minder geslaagd omdat hier gebruik gemaakt wordt van een locale belasting. Deze laatste zal geen goede indicatie zijn voor de vezeloriëntatie omdat er een indrukking in de kunststof wordt gemaakt. De longitudinale en transversale vezeleigenschappen worden hierdoor echter niet zichtbaar. Het mag duidelijk zijn dat hier enkel het materiaal rondom de indrukking getest wordt. Dit is sterk zichtbaar in de proef waar de inklemming op de helft is geplaatst omdat de afstand tussen inklemming en belasting gevoelig kleiner is.

8 Case study Schoeller Allibert

In dit hoofdstuk is het de bedoeling om de simulatie met de zopas verworven parameters van het vlasvezelversterkte materiaal toe te passen op complex product zoals een pallet (Figuur 102). Het doel is nu om ervoor te zorgen dat de pallet uit de vlasvezelversterkte kunststof door een materiaalreductie even sterk en stijf is als de pallet uit virgin PP materiaal. Hiertoe wordt eerst wordt er een experiment uitgevoerd waarbij een puntbelasting wordt uitgeoefend op de pallet. Dit uitgevoerde experiment en de simulatie van zowel het virgin PP als het compound materiaal moeten overeenkomen. Dan wordt de kromtrekking van de vlasvezelversterkte pallet weggewerkt en moet men ervoor zorgen dat de doorbuiging van de pallet met het virgin materiaal gelijk is aan de doorbuiging van het composiet materiaal door bij deze laatste de diktes aan te passen en door ribben te verwijderen.

De pallet bestaande uit het virgin PP is namelijk een bestaand en gecommmercialiseerd product. Vandaar dat de virgin PP pallet niet gemaakt is uit een Daplen of Sabic PP, maar uit het PP gekozen door Schoeller Allibert. Nu wil men weten wat de mogelijkheden zijn van een dergelijk product bestaande uit een vlasvezelversterkte kunststof.

In principe zijn er drie palletten waarmee wordt gewerkt: het oorspronkelijke virgin PP pallet, het vlasvezelversterkte PP dat kromgetrokken is en het vlasvezelversterkte pallet dat recht is en waar minder materiaal voor nodig is.

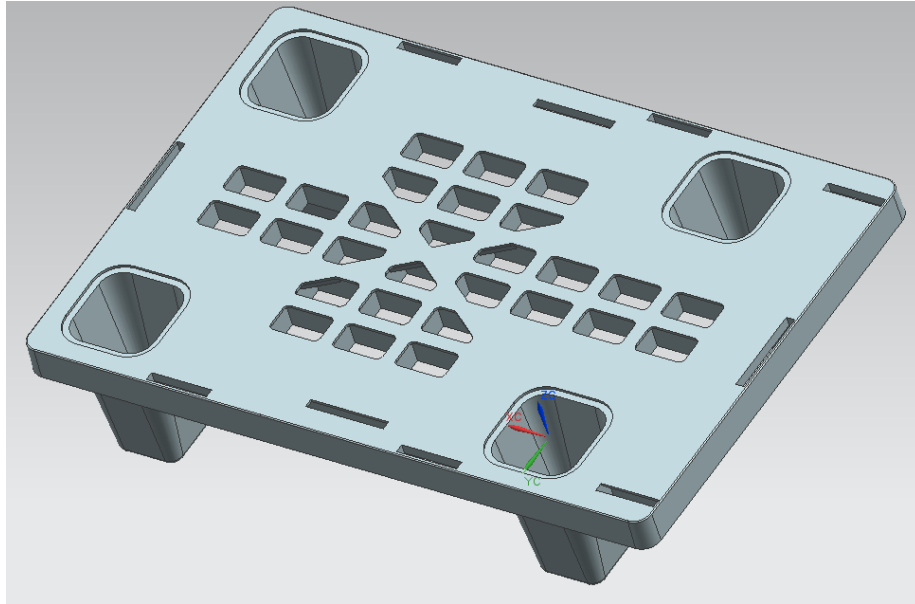
Door experimenten uit te voeren en te simuleren werd tot dusver het vlasvezelmateriaal zo goed mogelijk benaderd in Moldflow. Met deze informatie wordt het mogelijk de toelaatbare spanningsconcentraties in het product op te lichten en zo enkele suggesties te geven tot mogelijke aanpassingen van de pallet. Deze aanpassingen beperken zich tot het design aangezien het materiaal een afgesproken gegeven is binnen het FlaxHemPlast-project.



Figuur 102: De pallet

8.1 Softwarematige ondersteuning

In eerste instantie wordt de pallettekening in NX ingeladen (Figuur 103) en worden alle afrondingen verwijderd. Dit moet gebeuren omdat deze weinig invloed hebben op het eindresultaat maar toch de mesh in de problemen kunnen brengen.

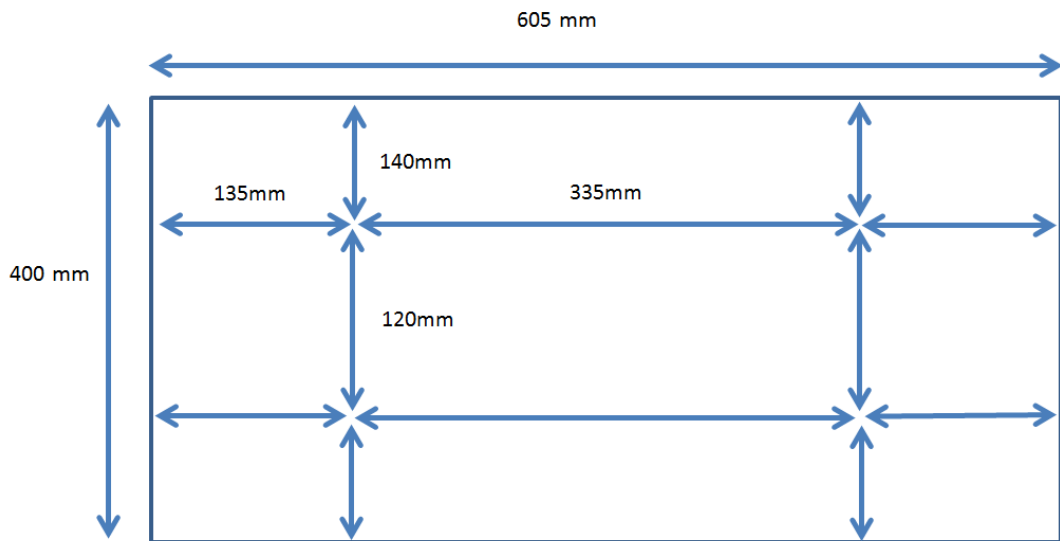


Figuur 103: Pallet ingeladen in NX

Vervolgens wordt deze tekening geïmporteerd in ASMI als midplane mesh waar de pallet wordt gemeshed met een global edge length van 5mm. De global edge length geeft weer hoe groot de elementen zullen zijn. Een kleine global edge length heeft een goed resultaat maar vereist een lange rekentijd. Voor een grote global edge length geldt het omgekeerde.

Na het meshen wordt de mesh “opgekuist” waarmee bedoeld wordt dat de mesh manueel moet worden aangepast zodat dat de elementen niet overlappen, elkaar niet snijden, correct verbonden zijn, een gelijke dikte hebben,... Hiervoor worden de handige tools uit het “mesh repair” onderdeel van de software gebruikt en met de “mesh diagnostics” worden de fouten in de mesh van de pallet visueel weergegeven.

Nu de mesh op punt staat kan het spuitgieten beginnen. De spuitgietparameters van de pallet worden weergegeven in bijlage 9. De gegevens van de spuitgietmachine (Krauss Maffei 800T, 800ton klemkracht) kunnen worden opgevraagd in Moldflow. Op de pallet zijn er 4 markeringen terug te vinden die duidelijk de 4 puntaanspuitingen weergeven. Figuur 104 geeft de afmetingen en de exacte plaats van de aanspuitpunten op de pallet in bovenaanzicht weer. [49]



Figuur 104: Afmetingen pallet en plaats aansluiting

Bijlage 9 toont aan dat voor het spuitgieten van de pallet gebruik gemaakt wordt van (bedrijfsgeheim) PP. Dit materiaal staat niet in de database van Moldflow, daarom wordt een materiaal gebruikt waarvan de eigenschappen zo dicht mogelijk in de buurt komen. Er wordt gewerkt met Braskem C711-70RNA. Met de ram speed wordt de schroefnelheid bedoeld. Voor de simulatie worden volgende parameters (Tabel 34) in Moldflow ingegeven:

Materiaal	PP		PP+MAPP+vlasvezel	
Filling control (Ram speed vs time)				
	Time(s)	Flow rate(cm³/s)	Time(s)	Flow rate(cm³/s)
	0	10	0	10
	1	20	1	20
	2	30	2	30
	3	35	3	35
	6	35	6	35
Velocity/pressure switch-over (by injection time)				
	6 s		6,2 s	
Pack/holding control (% Filling pressure vs time)				
	Time(s)	Filling pressure (%)	Time(s)	Filling pressure (%)
	0	80	0	80
	7	80	7	80
Cooling time				
	34 s		34 s	

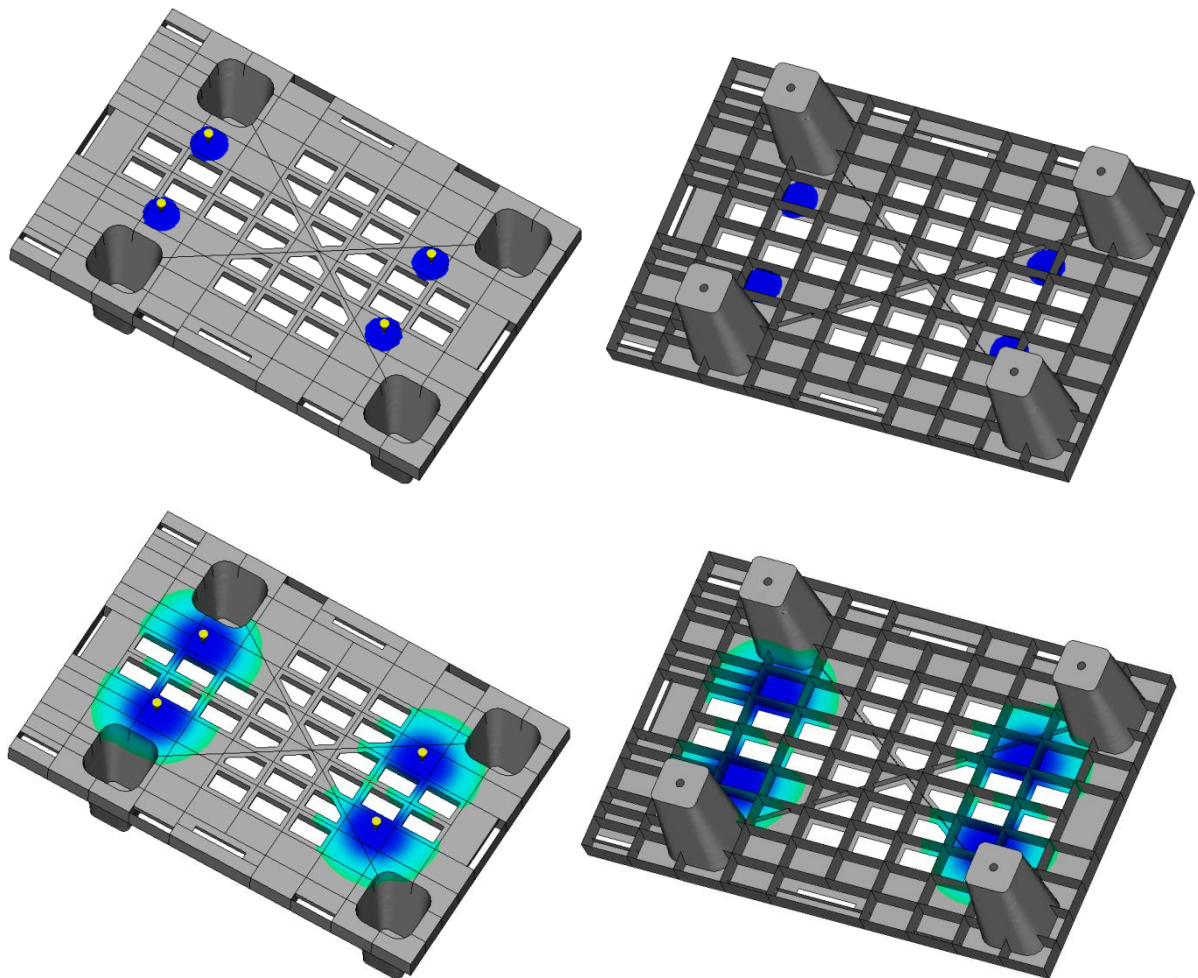
Tabel 34: Simulatieparameters pallet

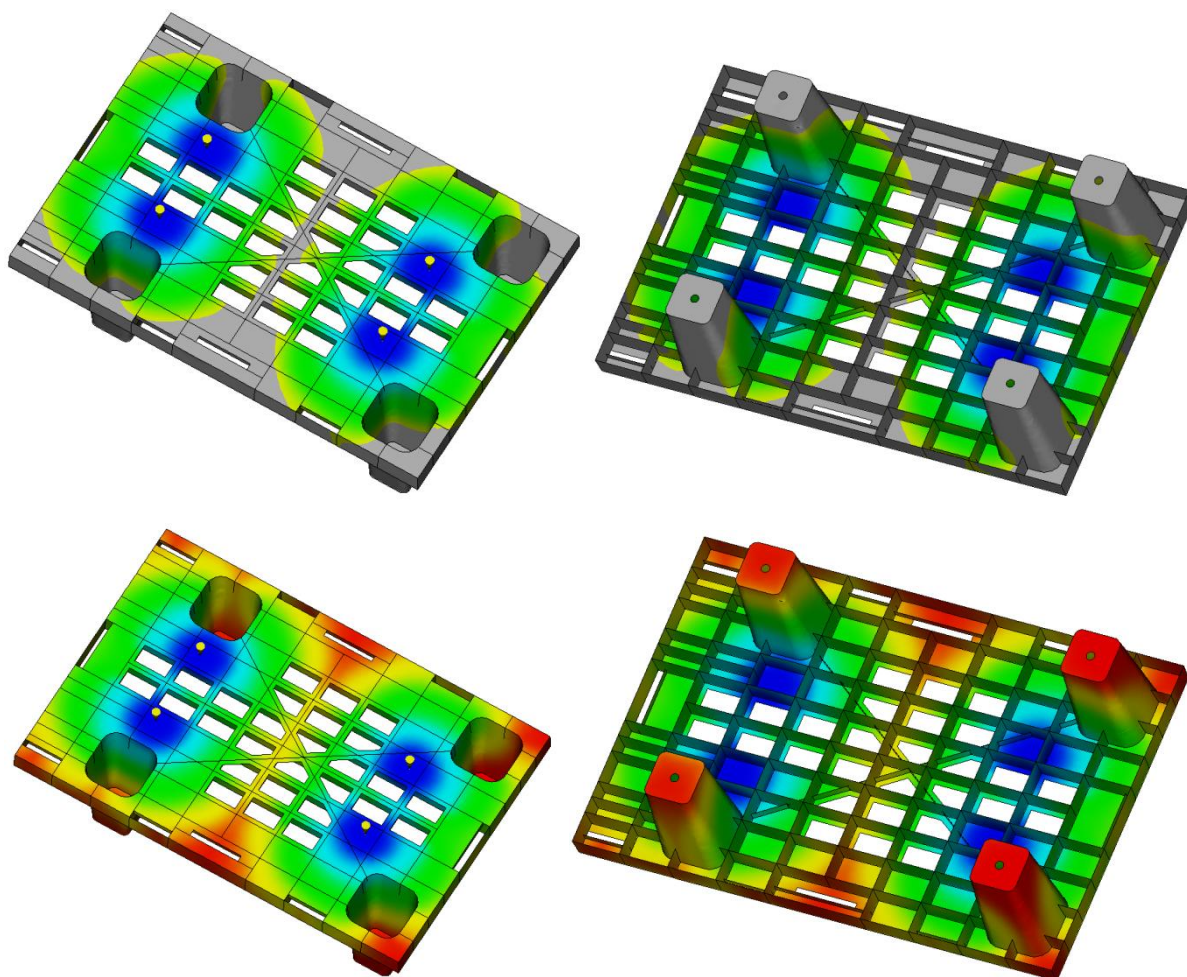
Deze gegevens geven onderstaande resultaten (Tabel 35):

	Simulatie	Gemeten	Simulatie	Gemeten
Fill time (s)	6,1	6,0	5,9	6,2
Massa pallet (g)	1292	1600	1412	1730

Tabel 35: Controle simulatieparameters pallet

Om de oriëntatie van de vezels te verklaren wordt in onderstaande figuur een ‘gesimuleerde’ weergave van de vultijd gegeven om aan te tonen hoe de pallet gevuld wordt.





Figuur 105: Vulsimulatie van de pallet

8.2 Mechanische performantie van de pallet

8.2.1 Puntbelasting

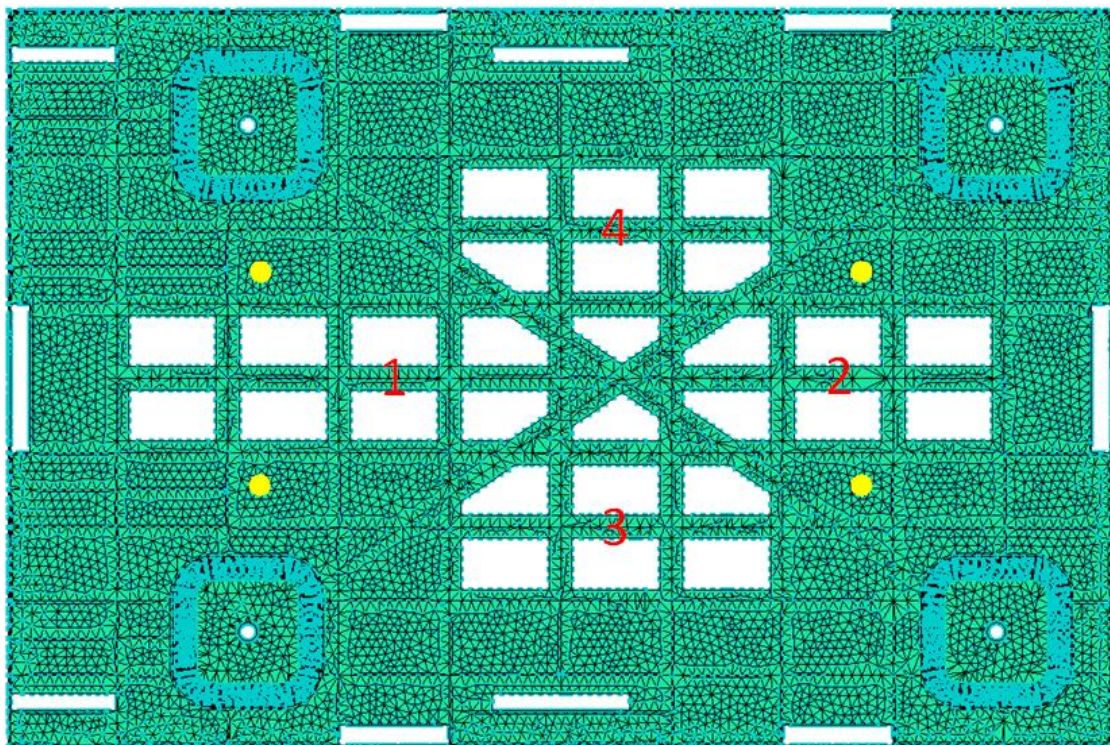
Om te kijken of de parameters gebruikt in de simulatie ook mogen toegepast worden op een nieuw product, wordt een laatste experiment uitgevoerd. Hierbij is het de bedoeling dat de resultaten van zowel de pallet met het virgin PP materiaal als de pallet met de vlasvezelversterkte PP overeenkomen met de simulaties

Er wordt aan dit pallet op verschillende plaatsen een belasting aangebracht. De door de belasting veroorzaakte doorbuiging wordt dan met een meetklokje opgemeten zoals in onderstaande figuur wordt weergegeven.



Figuur 106: Opstelling belastingsproef pallet

De pallet rust op vier steunpunten in de buurt van de vier hoeken. Door een gewicht van 4,75kg met behulp van een haak aan de pallet te bevestigen, kan met een meetklokje de verplaatsing worden opgemeten. De rode cijfers in onderstaande figuur geven de vier gekozen meetplaatsen weer. Hiervoor wordt telkens $4,75\text{kg} \cdot 9,81 \frac{\text{m}}{\text{s}^2} = 46,6\text{N}$ als kracht in de simulatie ingegeven.



Figuur 107: Aanduiding van de belastingspunten op de pallet

De resultaten van dit experiment evenals de simulatie ervan worden in onderstaande tabel weergegeven. De resultaten onder exp. zijn afkomstig van het uitgevoerde experiment en de getallen onder sim. zijn afkomstig van de simulatie. Hiervoor wordt in de simulatie gekeken hoeveel doorbuiging er is op dat punt door de warpige, hiervan wordt dan de doorbuiging met de belasting van afgetrokken. De gebruikte parameters in deze proef zijn: $E_1 = 1600\text{MPa}$, een $\text{DBC} = 18$ en $G = 552\text{MPa}$.

Meetplaats	Doorbuiging (mm)					
	Virgin			Composiet		
	Exp.	Sim.	PA (%)	Exp.	Sim.	PA (%)
1	1,32±0,09	1,40	5,7	0,93±0,12	1,02	9,1
2	1,17±0,14	1,10	6,2	0,78±0,15	0,86	9,3
3	1,81±0,12	1,85	2,0	1,23±0,10	1,28	3,9
4	1,79±0,10	1,87	4,4	1,23±0,11	1,29	4,7

Tabel 36: Resultaten doorbuiging pallet

Besluit:

Uit bovenstaande tabel blijkt dat de resultaten overeenkomen met de realiteit en verder mogen gebruikt worden.

8.2.2 Kromming

Nu dat de resultaten van het virgin PP en het vlasvezelversterkte PP overeenkomen is het de bedoeling om de kromming aanwezig in de pallet uit composiet, als gevolg van de vezeloriëntatie, zoveel mogelijk te reduceren. Om deze kromtrekking in de software zichtbaar te maken is het noodzakelijk te kiezen voor een fill, pack, warp en stress.

Indien men de vlasvezelgevulde pallet van dichtbij bekijkt, ziet men dat het oppervlak gebogen is. Dit is te verklaren door de vezeloriëntatie. De vezelversterkte kunststof komt in de matrijs en bevriest tegen de wand waardoor de vezels bovenaan willekeurig georiënteerd liggen. In het midden van de ribben zijn de vezels minder georiënteerd door de lage shear rate. Deze tweestrijd zorgt voor het kromtrekken van de pallet.

De simulatie toont echter aan dat de virgin pallet meer warpage vertoont dan de vlasvezelversterkte pallet. Tabel 37 geeft de doorbuiging in het midden en de verplaatsing aan de zijkant van de pallet weer voor de originele pallet.

	Geen aanpassing	
	Zijkant (mm)	Midden (mm)
Virgin	3,778	-2,173
Composiet	3,245	-1,846

Tabel 37: Warpage van de virgin en composiet pallet

Aan de virgin pallet kunnen er geen aanpassingen meer gebeuren omdat dit reeds een gecommmercialiseerd product is. Daarom worden er enkele aanpassing uitgevoerd op de pallet uit het compound materiaal. Er worden drie aanpassingen uitgevoerd (elk apart uiteraard) op de pallet uit het compound materiaal om te kijken of er een invloed is op de kromtrekking. De sterkte en stijfheid worden hier niet in rekening gebracht.

Reductie van de dikte van de bovenlaag van de pallet (Tabel 38). De oorspronkelijke dikte van de bovenlaag bedraagt 2,4mm.

Bovenlaag	Reductie dikte bovenlaag	
	Zijkant (mm)	Midden (mm)
2,4mm	3,245	-1,846
2mm	3,648	-1,797

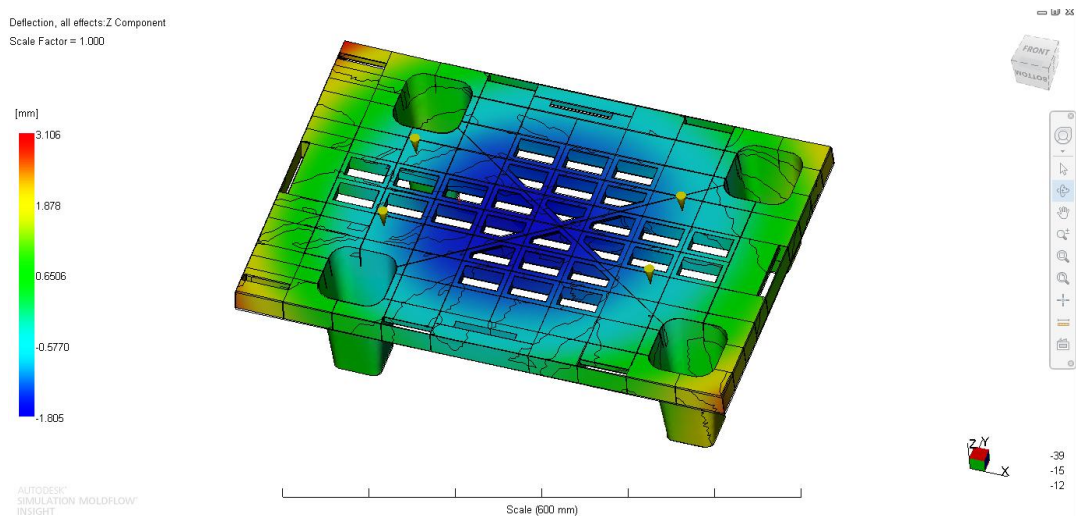
Tabel 38: Reductie van de dikte van de bovenlaag van de pallet

Uit deze aanpassing blijkt dat enkel de kromming in het midden een heel klein beetje verminderd, maar niet sterk genoeg om deze aanpassing in rekening te brengen

Reductie van de dikte van de ribben van de pallet (Tabel 39 en Figuur 108). De oorspronkelijke dikte van de ribben bedraagt opnieuw 2,4mm.

Ribben	Reductie dikte ribben	
	Zijkant (mm)	Midden (mm)
2,4mm	3,245	-1,846
2mm	3,106	-1,805

Tabel 39: Reductie van de dikte van de ribben van de pallet



Figuur 108: Kromming van de pallet in z-richting

De reductie van de ribben is een betere aanpassing dan de reductie van de bovenlaag, maar ook hier is er te weinig verbetering.

Het onderste gedeelte van de matrijs van de pallet verlagen in temperatuur (Tabel 40). De matrijstemperatuur staat bij aanvang op 60°C voor de gehele pallet. De kromming kan in Moldflow verminderd worden door de matrijs aan het bovenvlak van de pallet warmer te zetten en de onderkant van de pallet kouder te zetten. Deze asymmetrische koeling krijgt de voorkeur op koelkanalen omdat de warpage en het koelen niet tegelijkertijd in Moldflow kunnen worden bekeken en omdat de koelkanalen van de pallet niet gekend zijn.

	Aanpassing van de koeling		
	Temperatuur (°C)	Zijkant (mm)	Midden (mm)
Bovenlaag	60	-	-
Onderlaag	60	3,245	-1,846
Onderlaag	40	3,138	-1,818

Tabel 40: Asymmetrische koeling

Hier wordt aangetoond dat de verminderde krimp zodanig klein is dat de asymmetrische koeling weinig zin heeft.

8.2.3 Optimalisatie van de vezelversterkte pallet

Nu de simulaties overeenkomen voor zowel de virgin pallet als voor de vlasvezel pallet met oorspronkelijke afmetingen, is het de bedoeling om een ontwerpaanpassing voor te stellen waarbij dit nieuwe ontwerp bv. onder invloed van eenzelfde belasting evenveel doorbuigt als de virgin pallet.

8.2.3.1 Aanpassing van de diktes van de ribben en van de bovenplaat

In dit onderdeel wordt gewerkt met de meest eenvoudige parameter namelijk het variëren van de dikte van de verschillende ribben en de bovenplaat. Hierbij wordt in Moldflow zowel op het aangepaste ontwerp van de vlasvezelversterkte pallet als op de virgin pallet een belasting geplaatst van 100N. Pas als de doorbuiging (na aftrekken van de warpage) bij beide overeenkomt, dan mag men stellen dat deze suggestie geslaagd is.

Door het plaatsen van een kracht van 100N worden volgende doorbuigingen bekomen voor de virgin pallet (Tabel 41). Met “meetplaats” wordt verwezen naar de eerder gedefinieerde meetplaatsen in 8.2.1 Puntbelasting.

Meetplaats	Doorbuiging Virgin Pallet (mm)
1	3,047
2	2,456
3	4,653
4	4,647

Tabel 41: 100N op virgin pallet

Door de dikte in Moldflow te reduceren wordt getracht resultaten te verkrijgen die zo dicht als mogelijk tegen deze van de virgin pallet liggen. In eerste instantie wordt gekozen om de ribben te vernauwen. Door de oorspronkelijke dikte van 2,4mm terug te brengen naar 1,65mm kan er 292g bespaard worden. In tweede instantie wordt gekozen om de bovenplaat te vernauwen waarbij de dikte van de ribben terug op 2,4mm wordt gezet. Door de oorspronkelijke dikte van de bovenplaat van 2,4mm terug te brengen naar 1,2mm kan er 187g bespaard worden. De pallet behoudt hierbij dezelfde performantie als die van het oorspronkelijke virgin PP pallet. Dit wordt aangetoond in onderstaande tabel. Eerder werd al aangetoond dat de oorspronkelijke pallet gemaakt uit het virgin PP materiaal een massa van 1292g heeft en de oorspronkelijke composieten pallet een massa van 1412g heeft.

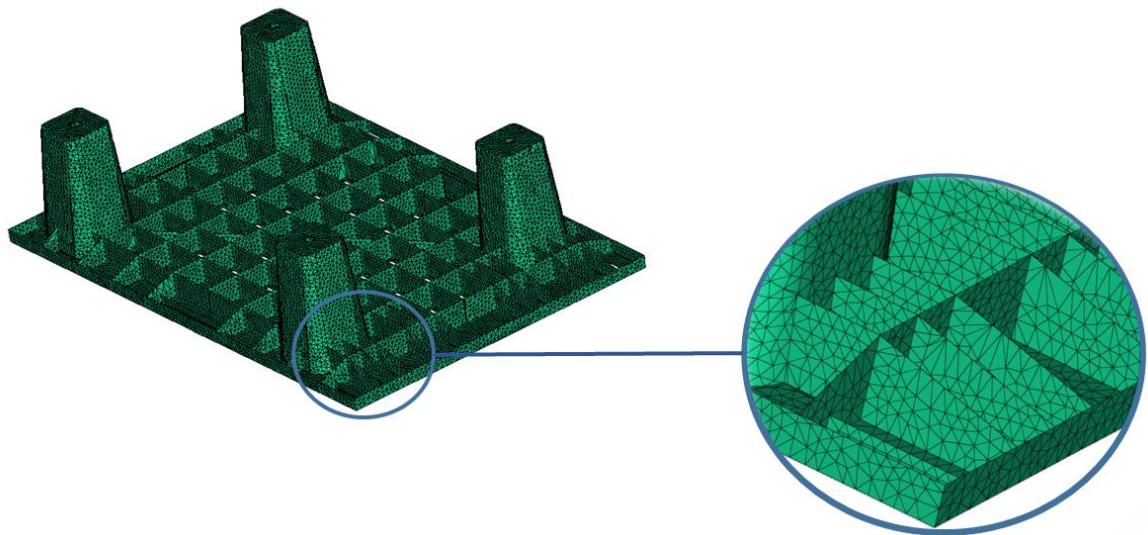
Meetplaats	Dikte ribben composiet pallet (1,65mm)	PA (%)	Dikte bovenvlak composiet pallet (1,2mm)	PA (%)
1	2,956	3,0	2,992	1,8
2	2,407	2,0	2,406	2,1
3	4,709	1,2	4,758	2,2
4	4,761	2,4	4,762	2,4

Tabel 42: Resultaten aanpassen dikte ribben en bovenvlak

8.2.3.2 Aanpassing van het ontwerp en de hoofdafmetingen

In dit onderdeel worden de mogelijke aanpassingen van het ontwerp en de hoofdafmetingen besproken. Gezien de beperkte duur van de stageperiode is de uitvoering in de simulatie hiervan altijd niet mogelijk.

- De ribben die toekomen rond de vier voetjes van de pallet vertonen hoge spanningsconcentraties. Hier zal er dus breuk optreden bij verdere belasting. Vandaar het voorstel om de hoeken af te ronden, wat uiteraard meer materiaal zal vergen. Ter compensatie worden de ribben dan gehalveerd.
- Ribben kunnen verwijderd of gehalveerd worden.
- De rand rondom de pallet halveren in dikte en de ribben afschuinen zoals weergegeven op onderstaande figuur.



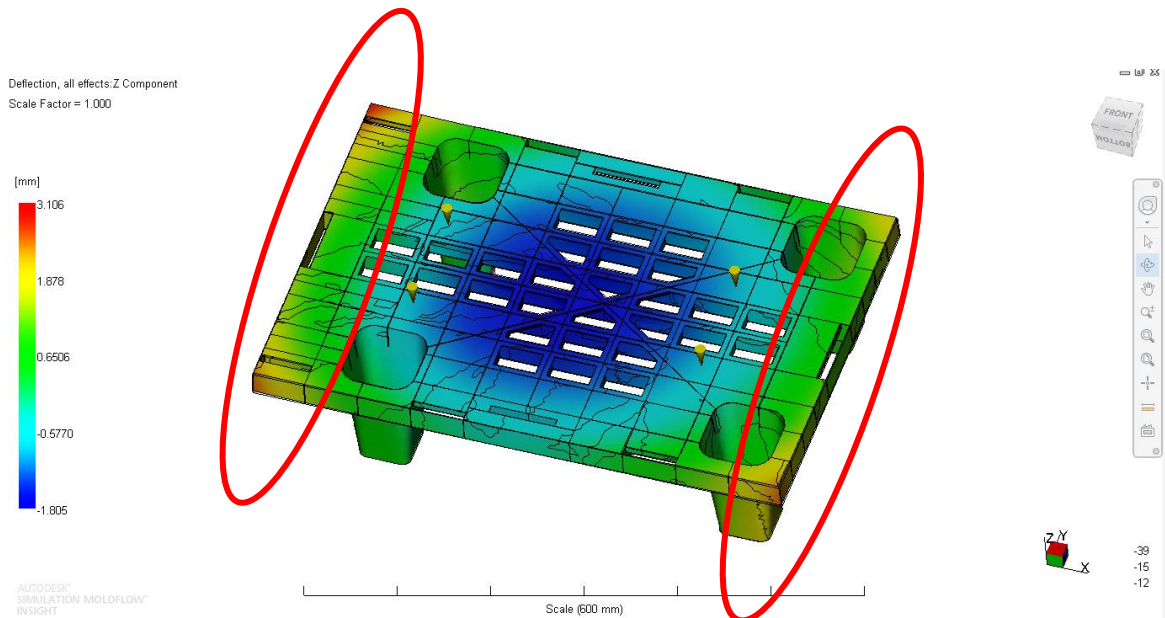
Figuur 109: Rand rondom de pallet halveren in dikte en de ribben afschuinen

- Openingen voorzien over het hele oppervlak van de pallet en op de plaatsen die niet ondersteund worden door de ribben (Figuur 110).



Figuur 110: Export pallet [50]

- De pallet symmetrisch maken door de voetjes te verplaatsen (Figuur 111). Het kan natuurlijk zijn dat deze symmetrie net niet gewenst is. Dit kan onder meer omdat de winkeliers niet willen dat de mensen (klanten) de pootjes te zien krijgen of omdat de pallet het meest belast wordt aan de achterkant wat zou verklaren waarom de achterste pootjes zo dicht bij de achterkant staan.



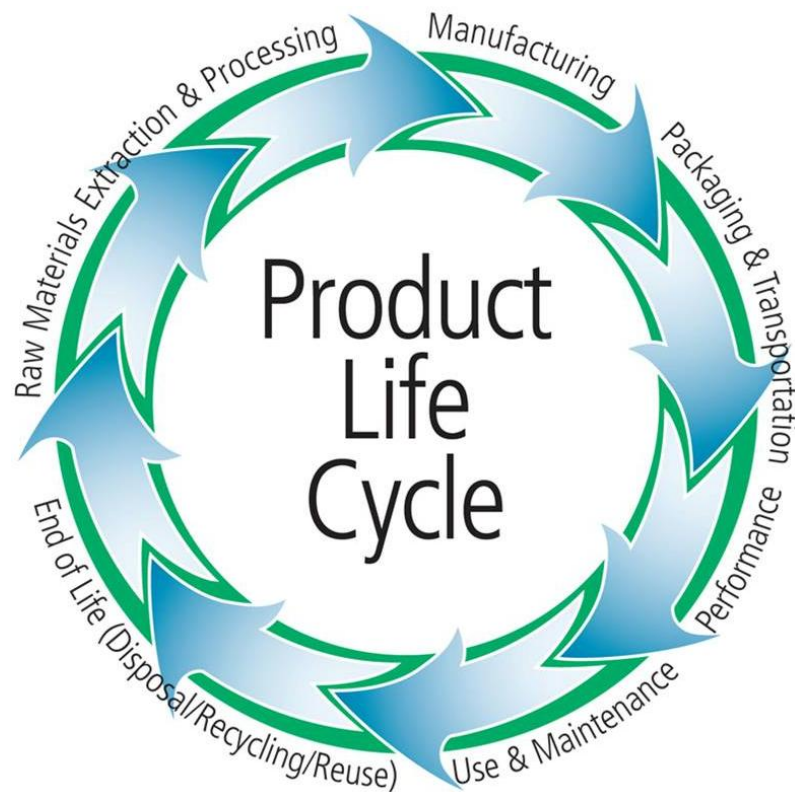
Figuur 111: De asymmetrische pallet

- De voetjes minder hoog maken en schuinere zijanten geven zodat ze beter en gemakkelijker stapelen. Ook kunnen er meer gestapeld worden bij transport. Men moet echter opletten bij verplaatsingen in de winkel. De hoogte kan een rol spelen bij het gebruik van een transpallet.

9 Recyclage van vlasvezelversterkte kunststoffen

Wanneer vlasvezelversterkte kunststofproducten aan het einde van hun levensduur zijn zouden deze gerecycleerd kunnen worden. De literatuur toont immers aan dat de mechanische eigenschappen van de MAPP-gemodificeerde vlasvezel/PP composieten slechts weinig verminderen na herhaaldelijk het spuitgietproces te hebben doorlopen. Hieruit blijkt dat de recyclage van de vlasvezel/PP composieten mogelijk is en dat dergelijk materiaal kan hergebruikt worden. Deze laatste stap sluit de kring van de levenscyclus van het vlasvezelversterkte materiaal (Figuur 112). [28]

Uiteraard betekent dit dat men na de recyclage opnieuw alle proeven en simulaties moet doorlopen om te controleren of de mechanische performantie van de compound niet is aangetast.



Figuur 112: Levenscyclusanalyse van een product [51]

10 Kosten-batenanalyse

In dit hoofdstuk wordt een kosten-batenanalyse van een proefbakje opgemaakt omdat hiervan het gehele proces in de KULAB wordt uitgevoerd. Van de pallet kan dit echter niet worden gedaan omdat deze in Schoeller Allibert wordt aangemaakt.

Prijs grondstof:

Prijs MAPP: 6€/kg*

Prijs Sabic PP PHC 27: 1€/kg*

Prijs Geroot vlas: 1€/kg*

*Intern verkregen data

$$\frac{21,5 \frac{g}{bakje}}{1000 \frac{g}{kg}} = 0,0215 \frac{kg}{bakje}$$

20% . (prijs vlas/kg) + 3% . (prijs MAPP/kg) + 77% . (prijs PP/kg) = prijs grondstof/kg

$$0,2 \cdot 1 + 0,03 \cdot 6 + 0,77 \cdot 1 = 1,15€/kg$$

$$\frac{1,15 \frac{€}{kg}}{1000 \frac{g}{kg}} \cdot 21,5 \frac{g}{bakje} = 0,025 \frac{€}{bakje}$$

Prijs oven:

Het vermogen van de oven wordt opgemeten met een energiemeter voor particulier gebruik die tussen het stopcontact en de oven wordt geschakeld. Op het moment van de meting heeft de oven een temperatuur van 75°C. In dit voorbeeld wordt gedurende vier uur gedroogd.

$$0,48kWh \cdot 0,18€/kWh = 0,086€$$

$$0,086€ \cdot 4 = 0,346€$$

Prijs componderen:

Het vermogen voor het componderen en het spuitgieten wordt opgemeten met de Fluke 1735 Power Logger Analyst (Figuur 113).

$$6,276kWh/kg \cdot 0,18€/kWh = 1,130€/kg$$

$$\frac{1,13 \frac{€}{kg}}{1000 \frac{g}{kg}} \cdot 21,5g = 0,024 \frac{€}{bakje}$$

Sputgietmachine:

Voor vijf bakjes is een vermogen nodig van 0,401kWh gemeten met de Fluke 1735 Power Logger Analyst. Een bakje weegt 21,5g.

$$21,5g \cdot 5 = 107,5g$$

$$\frac{0,401kWh}{107,5g} \cdot 1000 \frac{g}{kg} = 3,73 \frac{kWh}{kg}$$

$$3,73 \frac{kWh}{kg} \cdot 0,18 \frac{\text{€}}{kWh} = 0,67 \frac{\text{€}}{kg}$$

$$\frac{0,67 \frac{\text{€}}{kg}}{1000 \frac{g}{kg}} \cdot 21,5g = 0,014 \frac{\text{€}}{\text{bakje}}$$



Figuur 113: Fluke 1735 Power Logger Analyst

De prijs voor 1 kWh energie stond op 0,18 €/kWh in december 2013 [52]:

Besluit

Uit voorgaande berekeningen blijkt dat er €0,063 nodig is om een bakje aan te maken in de vlasvezelversterkte kunststof. Dit wordt in onderstaande tabel weergegeven. In deze berekening wordt de afschrijving van de machine en de werkuren niet meegerekend. Ook de prijs van de oven wordt hier niet meegerekend aangezien deze $2 \times €0,3456 = €0,692$ bedraagt voor een oven met een capaciteit van 100kg. De factor twee wordt verklaard door het feit dat er tweemaal vier uur gedroogd dient te worden, één keer voor het componderen en één keer voor het spuitgieten.

	Prijs (€/bakje)	
	Virgin	Composiet
Grondstof	0,022	0,025
Compouderen	0,026	0,024
Spuitgieten	0,022	0,014
TOTAAL	0,070	0,063

Tabel 43: Kostprijs proefbakje (virgin en vlasvezelversterkt)

11 Besluit

De opmars van biocomposieten versterkt met natuurlijke vezels is aan de gang. Deze composieten zijn voorbestemd om meer en meer toepassingen te vinden in de toekomst.

Hetgeen duidelijk wordt uit deze experimenten is dat de kwaliteit van het composiet geoptimaliseerd kan worden door voldoende aandacht te schenken aan:

- De verdeling van de vezelbundels
- Dispersie van de vezels zelf om de vezelverhouding te verbeteren
- De adhesie tussen de vezels en de matrix te verhogen door gebruik te maken van een coupling agent.

Onderstaande parameters worden gebruikt in de simulatiesoftware voor de vlasvezels en de compound (Tabel 44):

	Vezels		Compound
Dichtheid (g/cm^3)	1,45	Elasticiteitsmodulus (E_1 , MPa)	1600
Warmtegeleidingscoëfficiënt (W/mK)	0,058	Elasticiteitsmodulus (E_2 , MPa)	1185
Soortelijke warmte ($\text{J/g}^\circ\text{C}$) bij 195°C	1,969	Debondingcoëfficiënt	18
Elasticiteitsmodulus (E_1 , GPa)	50	Poisson Ratio	0,45
Elasticiteitsmodulus (E_2 , GPa)	10	Glijdingsmodulus (MPa)	552
Poisson Ratio	0,33	Vezellengte na compouderen	(zie bijlage 7)
Glijdingsmodulus (MPa)	18797	Smelttemperatuur ($^\circ\text{C}$)	195
Treksterkte (MPa)	10000	Matrijstemperatuur ($^\circ\text{C}$)	40
Aspect ratio (Lengte/Diameter)	125		
Initiële vezellengte (mm)	6		

Tabel 44: Parameters voor de vlasvezels en de compound

Tot slot werd dit succesvol toegepast op de pallet en werden tal van mogelijke aanpassingen gegeven ter optimalisatie. Door de oorspronkelijke dikte van de ribben van 2,4mm terug te brengen naar 1,65mm kan er 20% bespaard worden op het gewicht of door de oorspronkelijke dikte van de bovenplaat van 2,4mm terug te brengen naar 1,2mm kan er 13% bespaard worden op het gewicht.

Uit de resultaten van alle experimenten en simulaties voor deze compound (20wt.-% vlas, 77wt.-% PP en 3wt.-% MAPP) mag besloten worden dat de gegevens in de simulatie vanaf heden kunnen gebruikt worden voor een nieuw (onbestaand) product zonder dat er dan enige fysieke proeven aan te pas komen.

12 Bijlagen

12.1 Bijlage 1: Datasheet Daplen EE050AE Borealis AG

Typical Value	Unit		Test Method
Density	905	kg/m ³	ISO 1183
Melt Flow Rate (230°C/2,16 kg)	11	g/10 min	ISO 1133
Tensile modulus (1 mm/min)	1000	MPa	ISO 527-2
Tensile Stress at yield (50 mm/min)	20	MPa	ISO 527-2
Tensile Strain at yield (50 mm/min)	4,5	%	ISO 527-2
Tensile Strain at break (50 mm/min)	> 100	%	ISO 527-2
Charpy Impact Strength, notched (+23°C)	60	kJ/m ²	ISO 179/1eA
Melt energy	80	kJ/kg	DSC ISO 11357

(Intern verkregen data)

12.2 **Bijlage 2: Spuitgietsparameters trekstaven**

		Virgin PP	Virgin compound	MB 2h	MB 96h
Bedrijfstoestand cilinder					
T1	°C	35	35	35	35
T2	°C	145	145	145	145
T3	°C	160	160	160	160
T4	°C	175	175	175	175
T5	°C	195	195	195	195
T6	°C	195	195	195	195
Injecteren					
injectiestroom	ccm/s	40	40	40	40
Max. injectiedruk	bar	666	760	742	662
einde injectiepunt	ccm	5,425	5,883	5,182	5,338
omschakelpunt	ccm	12	11	11	11
Nadrukken					
ref 1	bar	450	500	500	475
tijd	t	20	10	10	10
ref 2	bar	450	500	500	475
Restkoeltijd	s	20	20	20	20
Doseren					
doseervolume	ccm	37	37	37	37
omtreksnelheid	m/min	40	40	40	40
stuwdruk	bar	0	0	0	0
doseertijd	s	3,56	5,05	5,73	5,23
Koelwatertemperatuur	°C	40	40	40	40
Cyclustijd	s	45,13	35,71	35,7	35,7
tinj	s	0,85	0,99	0,99	0,99
Opmerkingen					
droogtijd:	(nvt)	12h 80°C	12h 80°C	12h 80°C	12h 80°C

12.3 **Bijlage 3: Smitgietparameters plaatjes zonder vlasvezels**

Injection moulding parameters		
Mould	Test specimen 150x150x1 mm	Test specimen 150x150x2 mm
Material	PP - EE050AE Borealis	PP - EE050AE Borealis
Program number	KM11 - VKC309	KM11 - VKC309
Barrel temperature (set)	235 - 230 - 225 -220 - 215 °C	225 - 220 - 215 - 210 - 205 °C
Mould temperature (set)	40°C	40°C
Injection speed	165 - 100 ccm/sec Switch at 15 ccm	165 - 60 ccm/sec Switch at 15 ccm
Injection pressure (set)	1000 bar	600 bar
Injection pressure (measured)	704 bar	370 bar
Holding pressure	400 bar	250 bar
Holding pressure time	5 sec	5 sec
Switchover to holding pressure	8 ccm	10 ccm
Cooling time	15 sec	15 sec
Dosing volume	40 ccm	60 ccm
Dosing speed - Backpressure	250 mm/s 50 bar counter pression	250 mm/s 50 bar counter pression
Injection time	0,32 sec	0,44 sec
Cycle time	26,9 sec	27,9 sec
Clamping force	1250 kN	1250 kN
Pre-drying	no	no

12.4 **Bijlage 4: spuitgietsparameters plaatjes met vlasvezels**

Injection moulding parameters		
Mould	150x150x1 mm	150x150x2 mm
Material	Vlascompound KHBO (20% vlas; 3% MAPP)	Vlascompound KHBO (20% vlas; 3% MAPP)
Program number	KM11 - VKC313 aangepast	KM11 - VKC313 aangepast
Barrel temperature (set)	215 - 210 - 205 -200 - 195 °C	215 - 210 - 205 -200 - 195 °C
Mould temperature (set)	40°C	25°C
Injection speed	75 ccm/sec	50 ccm/sec
Injection pressure (set)	1200 bar	1200 bar
Injection pressure (measured)	890 bar	500 bar
Holding pressure	550 bar	350 bar
Holding pressure time	5 sec	5 sec
Switchover to holding pressure	21 ccm	10 ccm
Cooling time	15 sec	15 sec
Dosing volume	60 ccm	60 ccm
Dosing speed - Backpressure	200 mm/s 50 bar counter pression	200 mm/s 50 bar counter pression
Injection time	0,70 sec	1,24 sec
Cycle time	28,7 sec	28,7 sec
Clamping force	1250 kN	1250 kN
Pre-drying	4h at 105°C after compounding	4h at 105°C after compounding
Remarks	bij 1 mm dikte meer flocking v/d vezels	
	test met matrijstemp 45°C flocking maar weinig verminderd	test met matrijstemp 45°C flocking maar weinig verminderd

12.5 **Bijlage 5: Spuitgietsparameters proefbakje**

		Bakje
Bedrijfstoestand cilinder		
T1	°C	35
T2	°C	145
T3	°C	160
T4	°C	175
T5	°C	195
T6	°C	195
Injecteren		
injectiestroom	ccm/s	40
Max. injectiedruk	bar	829
einde injectiepunt	ccm	3,841
omschakelpunt	ccm	9,5
Nadrukken		
ref 1	bar	600
tijd	t	10
ref 2	bar	600
Restkoeltijd	s	30
Doseren		
doseervolume	ccm	32
omtreksnelheid	m/min	40
stuwdruk	bar	0
doseertijd	s	3,99
Koelwatertemperatuur	°C	40
Cyclustijd	s	45,22
tinj	s	0,8

12.6 **Bijlage 6: Soortelijke warmte van vlas**

Temperatuur (°C)	Soortelijke warmte (J/(g.°C))
16,85	1,080
26,85	1,126
36,85	1,178
46,85	1,237
56,85	1,303
66,85	1,398
76,85	1,410
86,85	1,437
96,85	1,485
106,85	1,529
116,85	1,570
126,85	1,612
136,85	1,657
146,85	1,710
156,85	1,771
166,85	1,820
176,85	1,870
186,85	1,923
196,85	1,969
206,85	1,999

12.7 **Bijlage 7: Experimenteel bepaalde vezellengte**

Class μm	% volume
0-200	1,86
200-400	2,17
400-600	2,42
600-800	3,92
800-1000	3,60
1000-1200	6,09
1200-1400	6,94
1400-1600	7,50
1600-1800	7,67
1800-2000	10,47
2000-2200	10,67
2200-2400	3,47
2400-2600	4,05
2600-2800	2,99
2800-3000	4,82
3000-3200	6,41
3200-3400	4,71
3400-3600	2,60
3600-3800	1,58
3800-4000	4,72
4000-4200	0,50
4200-4400	0,53
4400-4600	0,03
4600-4800	0,00
4800-5000	0,00
5000-5200	0,00
5200-5400	0,00
5400-5600	0,00
5600-5800	0,00
5800-6000	0,00
6000-6200	0,32
Total	100,01

12.8 **Bijlage 8: Datasheet Sabic PP PHC 27 [53]**

SABIC® PP PHC27

PP block copolymer for Injection moulding

Description:

This grade combines very high impact resistance, also at low temperatures, with a good stiffness and offers very good flow properties. Due to its narrow molecular weight distribution and very low tendency to warp, it is highly suitable for injection moulding of crates, boxes, suitcase shells and automotive parts.

Health, Safety and Food Contact regulations:

Material Safety Data Sheets (MSDS) and Product Safety declarations are available on our Internet site <http://www.SABIC-europe.com>

Typical values

Revision 20080327

Properties	Unit (Si)	Values	Test methods
Polymer properties			
Melt flow rate (MFR) at 230 °C and 2.16 kg	g/10 min	14	ISO 1133
Density	kg/m ³	905	ISO 1183
Mechanical properties			
Tensile test			ISO 527
stress at yield	MPa	22	
stress at break	MPa	19	
strain at break	%	600	
Flexural test			ASTM D 790
Flexural modulus	MPa	1200	
Izod impact notched			ISO 180/4A
at 23 °C	kJ/m ²	No Break	
at 0 °C	kJ/m ²	9.0	
at -20 °C	kJ/m ²	6.0	
Charpy impact notched			ISO 179
at 23 °C	kJ/m ²	31	
at 0 °C	kJ/m ²	12.5	
at -20 °C	kJ/m ²	7.0	
Hardness Shore D	-	66	ISO 868
Thermal properties			
Heat deflection temperature			
at 1.80 MPa (HDT/A)	°C	52	ISO 75/A
at 0.45 MPa (HDT/B)	°C	87	ISO 75/B
Vicat softening temperature			
at 10 N (VST/A)	°C	140	ISO 306/A
at 50 N (VST/B)	°C	57	ISO 306/B

12.9 Bijlage 9: Spuitgietsparameters pallet

DATE	MATERIAL	MATERIAL
14-11-2013	(Bedrijfsgeheim) (Virgin)	Sabic PHC27+20% vlas+3%PP-g-MA
	MB	MB
	1% black	1% black
	Additive	Additive
	Non	Non
Plast.stroke	189 mm	189 mm
Screwspeed	110 rpm	110 rpm
Back press	20 spec.bar	20 spec.bar
Dosing time	18 sec	19.6 sec
Decompression	30 mm	30 mm
Delay time nose valve	0 sec	0 sec
Delay time inj.unit	No	No
Injection speed	35 mm/sec	35 mm/sec
Injection pressure	800 bar	860 bar
Inj.time	6.0 sec.	6.2 sec
Switch point	25 mm	25 mm
Holding pressure Steps	400 bar-3 sec 320 bar – 4 sec	400 bar-3 sec 320 bar – 4 sec
Holding pressure time	7 sec	7 sec
Cooling time	34 sec	34 sec
Cushion	19.3	19.8
Clamping force	400T	400T
Mould movement time	9 sec	9 sec
Massa temp.	186°C	186°C
Cyclus time	65 sec	65 sec
Weight	1600 gr.	1730 gr.

Cooling remarks: Alles koud 15°C, behalve voetje deze op 70°C (kernen voormatrijs)

Machine: Krauss Maffei 800T (800ton klemkracht)

Screw diameter: 120 mm Mold number and name: SAS 0651 Pallet

13 Bibliografie

- [1] G. Bekaert, Composieten, Oostende: KHBO.
- [2] Flanders Plastic Vision, „Europees CORNET-Project: FlaxHemPlast,” 2012. [Online]. Available: <http://www.plasticvision.be/fpv-nl/projecten/projecten-1/recente-goedkeuring-voor-het-europees-cornet-project-flaxhemplast.htm>. [Geopend 21 September 2013].
- [3] A. Nijhof, Vezelversterkte kunststoffen: mechanica en ontwerp, Delft : VSSD , 2004.
- [4] F. Desplentere, Injection molding for Natural fibre reinforced materials: Numerical simulations, Kulab , 2013.
- [5] KHBO, „Over KHBO,” [Online]. Available: <http://www.khbo.be/over/voorstelling>. [Geopend 2013 September 15].
- [6] M. Depaepe, „KU Leuven @ Kulab,” KU Leuven , 7 Februari 2014. [Online]. Available: <http://www.kuleuven.be/campus/atkulab/>. [Geopend 16 Maart 2014].
- [7] School of materials science and engineering, „Fibre Reinforced Composites,” [Online]. Available: <http://www.hsctut.materials.unsw.edu.au/Composites/composites3b.htm>. [Geopend 21 September 2013].
- [8] Z. El Hachemi, „Digimat: Optimal solution for the modeling of materials and composite structures,” in *Mechanical behaviour of fibre reinforced palstics (numerical simulations)*, Oostende, 2013.
- [9] F. Wallenberger en N. Weston, Natural Fibers, Plastics and Composites, USA: Kluwer Academic Publishers, 2004.
- [10] A. Arbelaiz, B. Fernandez, G. Cantero, R. Llano-Ponte, A. Valea en I. Mondragon, „Mechanical properties of flax fibre/polypropylene composites. Influence of fibre/matrix modification and glass fibre hybridization,” Elsevier, 2005, pp. 1637-1644.
- [11] Wageningen UR , „Producing Natural Fibre Composites,” 7 Juli 2006. [Online]. Available: <http://www.agrofibrecomposites.com/process.htm>. [Geopend 21 September 2013].
- [12] Wikipedia, „Natural Fibre,” 14 Augustus 2013. [Online]. Available: http://en.wikipedia.org/wiki/Natural_fiber. [Geopend 21 September 2013].
- [13] N. Le Moigne, M. Van den Oever en T. Budtova, A statistical analysis of fibre size and shape distribution after compounding in composites reinforced by natural fibres, Nederland : elsevier , 2011.
- [14] T. Kyu en D. Nwabunma, Polyolefin Composites, Verenigde Staten : Wiley , 2008.
- [15] H. L. Bos, J. Müssig en M. J. van den Oever, Mechanical properties of short-flax-fibre reinforced compounds.
- [16] Wikipedia, „Flax,” 2 September 2013. [Online]. Available: <http://en.wikipedia.org/wiki/Flax>. [Geopend 18 September 2013].
- [17] VRT, „Nieuwe toekomst voor vlas als composietmateriaal,” 17 September 2013. [Online]. Available: http://www.deredactie.be/cm/vrtnieuws /videozone/programmas /journaal/EP_130917_JO1?video=1.1731645. [Geopend 17 September 2013].
- [18] P. Srikanth, Handbook of Bioplastics and Biocomposites Engineering Applications, University of Wisconsin-Madison, USA: Wiley, 2011.

- [19] A. Bismarck, I. Aranberri-askargorta, J. Springer, T. Lampke, B. Wielage, A. Stamboulis, I. Shenderovich en H. Limbach, „Surface Characterization of Flax, Hemp and Cellulose Fibers,” 2002, pp. 872-837.
- [20] K. Bruggemans en Y. Herzog, *Organische Chemie*, Antwerpen: De Boeck nv, 2006.
- [21] M. Kabir, H. Wang, K. Lau en F. Cardona, *Chemical treatments on plant-based natural fibre reinforced polymer composites: An overview*, Australië: Elsevier , 2012.
- [22] J. Engbersen en A. De Groot, *Bio-organische chemie voor levenswetenschappen*, Nederland : Wageningen Academic Publishers, 2005.
- [23] A. Bledzki en J. Gassan, *Composites reinforced with cellulose based fibres*, Duitsland : Elsevier , 1998.
- [24] The Macrogalleria , „Polypropylene,” 2005. [Online]. Available: <http://www.pslc.ws/mactest/level2.htm>. [Geopend 20 September 2013].
- [25] A. Van der Vegt en L. Govaert, *Polymeren van keten tot kunststof*, Delft : VSSD , 2009.
- [26] D. Gunst, *Organische Chemie – Inleiding in de polymeerchemie*, Oostende: KHBO.
- [27] Sigma-Aldrich, „Polypropylene-graft-maleic anhydride,” Sigma-Aldrich , 2014. [Online]. Available: <http://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/aldrich/427845?lang=en®ion=BE>. [Geopend 16 Maart 2014].
- [28] A. Arbelaiz, B. Fernandez, J. Ramos, A. Retegi, R. Llano-Ponte en I. Mondragon, *Mechanical properties of short flax fibre bundle/polypropylene composites: Influence of matrix/fibre modification, fibre content, water uptake and recycling*, Spanje: Elsevier, 2005.
- [29] M. Bhowmick, S. Mukhopadhyay en R. Alagirusamy, *Mechanical properties of natural fibre-reinforced composites*, London: Taylor & Francis, 2012.
- [30] F. Desplentere, *Machines en processing: extrusie*, Oostende: KHBO.
- [31] Leistritz, „ZSE 18 MAXX 36 D,” Nürnberg.
- [32] L. Eeckman, „Development of a method to characterize scrw elements for a twin screw extruder,” Gent University, Gent, 2012.
- [33] F. Desplentere, *Machines en processing: spuitgieten*, Oostende: KHBO.
- [34] D. Gunst, *Kunststofverwerkingstechnologie 1A en 1B*, Oostende: KHBO.
- [35] H. Zweifel, *Plastics Additives Handbook*, Munich : Hanser Publishers, 2001.
- [36] Wikipedia, „Desiccator,” Wikipedia , 18 Maart 2013. [Online]. Available: <http://nl.wikipedia.org/wiki/Desiccator>. [Geopend 27 Oktober 2013].
- [37] KHBO, *Handleiding warmeluchtdroger Arburg Thermolift 100-2*, Oostende .
- [38] M. Wylleman, *Technologie van spuitgietmatrijzen*, Oostende: KHBO .
- [39] F. Desplentere, „Moldflow: Designing with long short fibres: influence of orientation and fibre breakage,” in *Mechanical behaviour of fibre reinforced plastics (numerical simulations)*, Oostende , 2013.
- [40] Tosec, „Spanning rek diagram,” Tosec, [Online]. Available: <http://www.tosec.nl/wiki/spanning-rekdiagram/>. [Geopend 25 Januari 2014].

- [41] A. Blaga, „ARCHIVED - CBD-157. Properties and Behaviour of Plastics,” National Research Council Canada, 1973. [Online]. Available: <http://archive.nrc-cnrc.gc.ca/eng/ibp/irc/cbd/building-digest-157.html>. [Geopend 25 Januari 2014].
- [42] A. Bourmauda, G. Ausiasa, G. Lebruna, M. Tachonb en C. Baleya, Observation of the structure of a composite polypropylene/flax and damage mechanisms under stress, Frankrijk : Elsevier , 2012.
- [43] „Improvement of the interphase strength and the moisture sensitivity of flax fibre biocomposites.,” KU Leuven, [Online]. Available: https://www.mtm.kuleuven.be/Onderzoek/Composites/Research/Bio-Composites/People/Dieter/Dieter_Perremans. [Geopend 16 Februari 2014].
- [44] „Flax,” [Online]. Available: <http://www.matbase.com/material-categories/natural-and-synthetic-polymers/polymer-fibers/vegetable-fibers/material-properties-of-flax.html#properties>. [Geopend 16 Februari 2014].
- [45] „ASTM E1269 - 11: Standard Test Method for Determining Specific Heat Capacity by Differential Scanning Calorimetry,” [Online]. Available: <http://www.astm.org/Standards/E1269.htm>. [Geopend 16 Februari 2014].
- [46] A. S. Virk, Numerical models for natural fibre composites with stochastic properties, Plymouth, 2010.
- [47] Royal Society of Chemistry, „Classic Kit: Soxhlet extractor,” September 2007. [Online]. Available: <http://www.rsc.org/chemistryworld/Issues/2007/September/ClassicKitSoxhletExtractor.asp>. [Geopend 22 April 2014].
- [48] R. Vanmaercke, Sterkeleer, KHBO, 2012.
- [49] K. Brackx, Interpretatie en verbetering van de Mesh Statistics, Oostende: Kulab , 2013.
- [50] IPS, „Export Pallets,” IPS: Innovative in Plastic Pallets & Pallet Boxes , 2014. [Online]. Available: http://www.ips-belgium.com/nl/pallets-palletboxen/export_pallets. [Geopend 27 April 2014].
- [51] G. Seal, „how green seal develops standards,” Green Seal , 2013. [Online]. Available: <http://www.greenseal.org/GreenBusiness/Standards/HowGreenSealDevelopsStandards.aspx>. [Geopend 10 April 2014].
- [52] vreg, „vreg,” [Online]. Available: <http://www.vreg.be/hoeveel-kost-1-kwh-elektriciteit-en-aardgas>. [Geopend 6 December 2013].
- [53] „SABIC_PHC27,” [Online]. Available: http://www.b2bpolymers.com/TDS/SABIC_PHC27.pdf. [Geopend 16 Februari 2014].
- [54] K. Soete, Cornet-project FlaxHemPlast, Kulab, 2013.
- [55] Arburg, Thermolift: Combined drying and conveying of plastic granulate, Duitsland , 2013.
- [56] A. De Jong, „Zo zit een vliegtuig in elkaar,” 1994. [Online]. Available: <http://wielr.home.xs4all.nl/Instructie/Vliegtuigconstructie/Vliegtuigconstructie.html>. [Geopend 25 01 2014].
- [57] Tosec, „Spanning rek diagram,” Tosec , [Online]. Available: <http://www.tosec.nl/wiki/spanning-rekdiagram/>. [Geopend 25 01 2014].

- [58] A. Blaga, „ARCHIVED - CBD-157. Properties and Behaviour of Plastics,” National Research Council Canada, 1973. [Online]. Available: <http://archive.nrc-cnrc.gc.ca/eng/ibp/irc/cbd/building-digest-157.html>. [Geopend 25 01 2014].
- [59] C. Baley, Analysis of the flax fibres tensile behaviour and analysis of the tensile stiffness increase, Lorient Cedex: Elsevier, 2002.
- [60] Village Spinning & Weaving, „Super Fine Water Retted Flax Top,” 2014. [Online]. Available: <http://www.villagespinweave.com/IBS/SimpleCat/Product/asp/hierarchy/0306/product-id/37019912.html>. [Geopend 16 Maart 2014].
- [61] A. De Jong, „Zo zit een vliegtuig in elkaar,” 1994. [Online]. Available: <http://wielr.home.xs4all.nl/Instructie/Vliegtuigconstructie/Vliegtuigconstructie.html>. [Geopend 25 Januari 2014].
- [62] N. Le Moigne, M. Van den Oever en T. Budtova, A statistical analysis of fibre size and shape distribution after compounding in composites reinforced by natural fibres, Nederland: Elsevier, 2011.
- [63] S. Allibert, „Test Report,” Nederland , 2013.

