



**ΕΘΝΙΚΟ ΜΕΤΣΟΒΙΟ ΠΟΛΥΤΕΧΝΕΙΟ**  
**ΔΙΑΤΜΗΜΑΤΙΚΟ ΠΡΟΓΡΑΜΜΑ**  
**ΜΕΤΑΠΤΥΧΙΑΚΩΝ ΣΠΟΥΔΩΝ (Δ.Π.Μ.Σ.)**  
**ΕΠΙΣΤΗΜΗ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΑ ΥΛΙΚΩΝ**

---

**ΜΕΛΕΤΗ ΑΣΤΟΧΙΑΣ ΔΙΕΠΙΦΑΝΕΙΑΣ ΙΝΑΣ**  
**ΑΝΘΡΑΚΑ / ΕΠΟΞΙΚΗΣ ΡΗΤΙΝΗΣ**  
**ΜΕ ΤΗΝ ΤΕΧΝΙΚΗ ΤΗΣ ΝΑΝΟΔΙΕΙΣΔΥΣΗΣ ΚΑΙ**  
**ΤΗ ΜΕΘΟΔΟ ΠΕΠΕΡΑΣΜΕΝΩΝ ΣΤΟΙΧΕΙΩΝ**

---

**ΜΕΤΑΠΤΥΧΙΑΚΗ ΕΡΓΑΣΙΑ**

της

**ΔΕΣΠΟΙΝΑΣ ΗΡ. ΜΠΑΤΣΟΥΛΗ**

Διπλωματούχου Μηχανικού Επιστήμης Υλικών Πανεπιστημίου Ιωαννίνων

ΕΠΙΒΛΕΠΩΝ:

**Κ. ΧΑΡΙΤΙΔΗΣ, ΚΑΘΗΓΗΤΗΣ ΕΜΠ**

ΑΘΗΝΑ, ΙΟΥΝΙΟΣ 2016



**ΕΘΝΙΚΟ ΜΕΤΣΟΒΙΟ ΠΟΛΥΤΕΧΝΕΙΟ**  
**ΔΙΑΤΜΗΜΑΤΙΚΟ ΠΡΟΓΡΑΜΜΑ**  
**ΜΕΤΑΠΤΥΧΙΑΚΩΝ ΣΠΟΥΔΩΝ (Δ.Π.Μ.Σ.)**  
**ΕΠΙΣΤΗΜΗ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΑ ΥΛΙΚΩΝ**

---

**ΜΕΛΕΤΗ ΑΣΤΟΧΙΑΣ ΔΙΕΠΙΦΑΝΕΙΑΣ ΙΝΑΣ**  
**ΑΝΘΡΑΚΑ / ΕΠΟΞΙΚΗΣ ΡΗΤΙΝΗΣ**  
**ΜΕ ΤΗΝ ΤΕΧΝΙΚΗ ΤΗΣ ΝΑΝΟΔΙΕΙΣΔΥΣΗΣ ΚΑΙ**  
**ΤΗ ΜΕΘΟΔΟ ΠΕΠΕΡΑΣΜΕΝΩΝ ΣΤΟΙΧΕΙΩΝ**

---

**ΜΕΤΑΠΤΥΧΙΑΚΗ ΕΡΓΑΣΙΑ**

της

**ΔΕΣΠΟΙΝΑΣ ΗΡ. ΜΠΑΤΣΟΥΛΗ**

Διπλωματούχου Μηχανικού Επιστήμης Υλικών Πανεπιστημίου Ιωαννίνων

ΤΡΙΜΕΛΗΣ ΕΞΕΤΑΣΤΙΚΗ ΕΠΙΤΡΟΠΗ:

**Κ. ΧΑΡΙΤΙΔΗΣ, ΚΑΘΗΓΗΤΗΣ ΕΜΠ**

**Ε. ΚΟΝΤΟΥ, ΚΑΘΗΓΗΤΡΙΑ ΕΜΠ**

**Δ. ΜΑΝΩΛΑΚΟΣ, ΚΑΘΗΓΗΤΗΣ ΕΜΠ**

ΑΘΗΝΑ, ΙΟΥΝΙΟΣ 2016

Δέσποινα Ηρ. Μπατσούλη

Διπλωματούχος Μηχανικός Επιστήμης Υλικών Πανεπιστημίου Ιωαννίνων

Email: despoinabatsouli@gmail.com

Copyright © Δέσποινα Μπατσούλη 2016

Με επιφύλαξη παντός δικαιώματος. All rights reserved.

Απαγορεύεται η αντιγραφή, αποθήκευση και διανομή της παρούσας εργασίας, εξολοκλήρου ή τμήματος αυτής, για εμπορικό σκοπό. Επιτρέπεται η ανατύπωση, αποθήκευση και διανομή για σκοπό μη κερδοσκοπικό, εκπαιδευτικής ή ερευνητικής φύσης, υπό την προϋπόθεση να αναφέρεται η πηγή προέλευσης και να τηρείται το παρόν μήνυμα.

## ΕΥΧΑΡΙΣΤΙΕΣ

Η παρούσα μεταπτυχιακή εργασία με τίτλο «*Μελέτη αστοχίας διεπιφάνειας ίνας άνθρακα/εποξικής ρητίνης με την Τεχνική της Νανοδιείσδυσης και τη Μέθοδο των Πεπερασμένων Στοιχείων*» εκπονήθηκε στα πλαίσια του Διατμηματικού Προγράμματος Μεταπτυχιακών Σπουδών (ΔΠΜΣ), «Επιστήμη και Τεχνολογία Υλικών» της Σχολής Χημικών Μηχανικών του Εθνικού Μετσόβιου Πολυτεχνείου.

Θα ήθελα να εκφράσω τις θερμές μου ευχαριστίες στον επιβλέποντα Καθηγητή Κ.Α. Χαριτίδη, για την ευκαιρία που μου έδωσε να εκπονήσω τη μεταπτυχιακή εργασία στην Ερευνητική Μονάδα «Προηγμένων, Σύνθετων, Νάνο-Υλικών και Νανοτεχνολογίας», για την εμπιστοσύνη που μου έδειξε, καθώς και για την επιστημονική καθοδήγηση και στήριξή του κατά τη διάρκεια της εκπόνησης της μεταπτυχιακής εργασίας.

Ιδιαίτερα, ευχαριστώ θερμά τον Δ. Δραγατογιάννη, Υποψήφιο Διδάκτορα για τη καθοριστική και πολύτιμη βοήθεια που μου προσέφερε, καθώς και τον χρόνο που αφιέρωσε. Επιπλέον, τον ευχαριστώ τόσο για τις γνώσεις που μου εμπιστεύτηκε όσο και για τις εύστοχες συμβουλές, υποδείξεις, καθοδήγηση και συμπαράσταση που οδήγησαν στην ομαλή διεκπεραίωση της εργασίας.

Ακόμη, θα ήθελα να ευχαριστήσω την ερευνητική ομάδα της μονάδας R-NANO για τη συνεργασία, την υποστήριξη και το ευχάριστο και φιλικό κλίμα, καθώς και όλους όσους συνέβαλαν με οποιονδήποτε τρόπο στην επιτυχή εκπόνηση αυτής της μεταπτυχιακής εργασίας.

Τέλος, ευχαριστώ την οικογένεια μου για τη στήριξη και την εμπιστοσύνη που μου έδειξε καθ' όλη τη διάρκεια των μεταπτυχιακών μου σπουδών, καθώς και τους στενούς μου φίλους για τη ανεκτίμητη συμπαράσταση και κατανόηση τους.

Αθήνα, Ιούνιος 2016

Δέσποινα Μπατσούλη

[despoinabatsouli@gmail.com](mailto:despoinabatsouli@gmail.com)

## ΠΕΡΙΛΗΨΗ

Στόχος της παρούσας εργασίας είναι η μελέτη αντοχής της διεπιφάνειας ίνας άνθρακα/εποξικής ρητίνης υπό κυκλική φόρτιση με την τεχνική της νανοδιείσδυσης. Στα πλαίσια της εργασίας, διεξήχθησαν πειράματα νανοδιείσδυσης σε δείγματα συνθέτου ινών άνθρακα / εποξικής ρητίνης με διαφορετικούς προσανατολισμούς ινών, επιλεκτικά, σε περιοχές ίνας, μήτρας και διεπιφάνειας ίνας/μήτρας. Οι μετρήσεις των δειγμάτων πραγματοποιήθηκαν σε μονοκυκλική και πολυκυκλική φόρτιση – αποφόρτιση και από τις καμπύλες φορτίου – βάρους διείσδυσης που προέκυψαν, αξιολογήθηκαν οι μηχανικές ιδιότητες των συνθέτων. Παρατηρήθηκε ότι σε εντυπώσεις σε περιοχές κοντά στη διεπιφάνεια, εμφανίστηκε μια ασυνέχεια στις πειραματικές καμπύλες τύπου «pop-in». Το «pop-in» συνδέεται με τη μετάβαση από την κυρίως ελαστική/ελαστοπλαστική παραμόρφωση στην παραμόρφωση με τη μερική αποκόλληση ίνας/μήτρας. Η μικροδομή και η μορφολογία της επιφάνειας του συνθέτου μελετήθηκαν με οπτικό μικροσκόπιο (OM), ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (SEM) και μικροσκόπιο σάρωσης ακίδας (SPM). Η μορφή της αστοχίας (σχισμός ίνας, αποκόλληση ίνας/μήτρας, αστοχία μήτρας, εκτεταμένη πλαστική παραμόρφωση) καθορίστηκε από τα διαγράμματα φορτίου-μετατόπισης σε αντιπαραβολή με τις εικόνες μικροσκοπίας πριν και μετά τη νανοδιείσδυση. Ωστόσο, η ερμηνεία των πειραματικών αποτελεσμάτων για τον προσδιορισμό των ιδιοτήτων της διεπιφάνειας δεν είναι μονοσήμαντη και απαιτείται ένα λεπτομερές μικρομηχανικό μοντέλο. Κατά τα πειράματα νανοδιείσδυσης εμφανίζονται ιδιαίτεροι περιορισμοί, όπως η τοπική μικροδομή (διάταξη ινών), η ανισοτροπία των ινών άνθρακα, η επίδραση των παραμενουσών τάσεων, καθώς και η τριβή ίνας-μήτρας μετά την αποκόλληση. Για το λόγο αυτό, επιχειρήθηκε η μελέτη του φαινομένου, με χρήση υπολογιστικών μοντέλων. Κατασκευάστηκε ένα τρισδιάστατο μοντέλο ίνας/μήτρας, από κώδικα πεπερασμένων στοιχείων (ANSYS Parametric Design Language – APDL). Επιλέχθηκαν κατάλληλα πεπερασμένα στοιχεία για τη διακριτοποίηση (mesh) της ακίδας και του δείγματος (ίνας και μήτρας) και ιδιαιτέρως, για τη διακριτοποίηση κοντά στην επαφή της ίνας με τη μήτρα, όπου αναμένονταν και οι μεγαλύτερες παραμορφώσεις. Για την κατασκευή του κώδικα αξιολογήθηκαν διάφορα μοντέλα, με διαφορετικές γεωμετρίες ακίδας και δείγματος, διακριτοποιήσεις (mesh), συνοριακές συνθήκες και ιδιότητες υλικών, προκειμένου να βρεθούν οι παράμετροι που παίζουν σημαντικό ρόλο κατά την αστοχία της διεπιφάνειας και το μηχανισμό παραμόρφωσης κατά τις πειραματικές διεισδύσεις. Έμφαση δόθηκε στην επίδραση της τριβής μεταξύ ίνας/μήτρας και των μηχανικών ιδιοτήτων της

μήτρας (μέτρο ελαστικότητας και όριο διαρροής) στις καμπύλες φορτίου-μετατόπισης.

**Λέξεις Κλειδιά:** Νανοδιείσδυση, Μέθοδος Πεπερασμένων Στοιχείων, διεπιφάνεια ίνας άνθρακα/εποξικής ρητίνης, αντοχή διεπιφάνειας, μονοκυκλική φόρτιση-αποφόρτιση, πολυκυκλική φόρτιση-αποφόρτιση, αστοχία

## ABSTRACT

The aim of present work is to study the strength of carbon fiber/epoxy interface under cyclic loading with nanoindentation technique. In this thesis, nanoindentation experiments were performed on specimens of carbon fiber reinforced polymer composites-CFRPs with different fiber orientations, selectively, in fiber, matrix and fiber/matrix interface areas. Nanoindentation measurements were performed to single and multicycle loading - unloading and the mechanical properties of the composite were evaluated. It was observed that indentations in the region close to the interface, an abrupt pop-in type event was appeared. This event is plausibly connected to a transition from mainly elastic/elastoplastic deformation to deformation by partial fiber/matrix decohesion. Microstructure and surface morphology of the composite were studied by optical microscopy (OM), scanning electron microscopy (SEM) and scanning probe microscopy (SPM). The form of failure (split fiber, fiber / matrix decohesion, matrix failure, plastic deformation) were determined from the load-displacement curves and SEM and SPM images before and after nanoindentation. However, the interpretation of experimental results to determine the interface properties is not straightforward and requires a detailed micromechanical model. In the nanoindentation experiments shown particular limitations, such as the local microstructure (fiber packing), the anisotropy of the carbon fibers, the influence of residual stresses and fiber-matrix friction after decohesion. Therefore, it was attempted to study the phenomenon, by using computational models. A three-dimensional fiber/matrix model was built from ANSYS Parametric Design Language – APDL. Suitable finite elements were selected for meshing of the tip and the sample (fiber and matrix) and meshing close to contact of fiber and matrix, which was expected larger deformations. To build the appropriate code were evaluated various models with different tip geometries and specimen mesh, boundary conditions and material properties in order to find appropriate parameters for the failure of the interface and the deformation mechanism during the experimental indentations. Emphasis was given to the effect of fiber/matrix friction and the mechanical properties of the matrix (elastic modulus and yield strength) in the load-displacement curves.

**Keywords:** Nanoindentation, Finite Element Method, carbon fiber/epoxy interface, interfacial strength, single loading-unloading, multicycle loading-unloading, failure

## ΠΕΡΙΕΧΟΜΕΝΑ

ΕΥΧΑΡΙΣΤΙΕΣ .....	iv
ΠΕΡΙΛΗΨΗ .....	v
ABSTRACT .....	vii
ΚΑΤΑΛΟΓΟΣ ΣΧΗΜΑΤΩΝ ΚΑΙ ΠΙΝΑΚΩΝ .....	x
ΚΕΦΑΛΑΙΟ 1. Σύνθετα Υλικά Πολυμερικής Μήτρας Ενισχυμένα με Ίνες Άνθρακα .....	1
1.1 Μηχανικές Ιδιότητες.....	2
1.2 Εφαρμογές.....	2
1.3 Μηχανισμοί βλάβης και αστοχίας των συνθέτων υλικών CFRP .....	3
1.4 Διεπιφάνεια Ίνας/Μήτρας .....	5
ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ.....	7
ΚΕΦΑΛΑΙΟ 2. Χαρακτηρισμός διεπιφάνειας ίνας/μήτρας.....	8
2.1 Τεχνικές Χαρακτηρισμού Διεπιφάνειας.....	8
2.1.1 Δοκιμή Push-in.....	10
2.1.2 Δοκιμή Push-out.....	11
2.2 Θεωρητικά μοντέλα διεπιφανειακής αστοχίας στις μικρομηχανικές δοκιμές.....	12
2.2.1 Αποκόλληση ελεγχόμενης τάσης (Stress-controlled debonding) .	13
2.2.2 Αποκόλληση ελεγχόμενης ενέργειας (Energy-controlled debonding).....	14
2.2.3 Πίεση πρόσφυσης (Adhesional pressure).....	14
2.2.4 Μοντέλα που συμπεριλαμβάνουν ατελείς διεπιφάνειες .....	15
2.3 Αναλυτικές μέθοδοι μικρομηχανικής μοντελοποίησης των συνθέτων υλικών ενισχυμένων με ίνες .....	16
2.3.1 Αναλυτικά μοντέλα βλαβών και αντοχή των συνθέτων υλικών ενισχυμένων με ίνες: εφελκυστική φόρτιση.....	17
ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ.....	19
ΚΕΦΑΛΑΙΟ 3. Νανοδιείσδυση .....	22
3.1 Μέθοδος Oliver-Pharr για εντυπωτές αξονικής συμμετρίας .....	24
3.1.1 Πλήρως ελαστική θεώρηση.....	24
3.1.2 Ελαστοπλαστική Θεώρηση .....	28



3.2 Μέθοδος Oliver-Pharr για εντυπωτές μη αξονικής συμμετρίας.....	30
3.3 Διορθώσεις-Βελτιώσεις της μεθόδου Oliver-Pharr .....	31
3.3.1 Επιφάνεια επαφής-Καμπυλότητα ακίδας .....	31
3.3.2 Ακτινική παραμόρφωση .....	33
3.3.3 Φαινόμενο συσσώρευσης (Pile-up Effects).....	34
BIBΛΙΟΓΡΑΦΙΑ.....	35
ΚΕΦΑΛΑΙΟ 4. Μελέτη αστοχίας διεπιφάνειας ίνας άνθρακα/ εποξικής ρητίνης με την τεχνική της νανοδιείσδυσης.....	38
4.1 Πειραματική Διάταξη.....	38
4.2 Πειραματική Διαδικασία .....	40
4.3 Ανάλυση πειραματικών δεδομένων .....	42
4.3.1 Μικροδομή συνθέτου ιών άνθρακα/εποξικής ρητίνης .....	42
4.3.2 Νανομηχανικές ιδιότητες συνθέτου ιών άνθρακα/εποξικής ρητίνης με επιβαλλόμενο φορτίο 10000 $\mu\text{N}$ .....	44
4.3.3 Νανομηχανικές ιδιότητες συνθέτου ιών άνθρακα/εποξικής ρητίνης με επιβαλλόμενο φορτίο από 1500 έως 10000 $\mu\text{N}$ .....	46
4.3.4 Νανομηχανικές ιδιότητες συνθέτου ιών άνθρακα/εποξικής ρητίνης με επιβαλλόμενο φορτίο 30000 $\mu\text{N}$ .....	50
4.3.5 Νανομηχανικές ιδιότητες συνθέτου ιών άνθρακα/εποξικής ρητίνης με επιβαλλόμενο φορτίο από 1500 έως 34500 $\mu\text{N}$ .....	55
4.3.5.1 Μελέτη περίπτωσης (Case study).....	68
4.3.5.2 «Pop-in events» .....	72
4.4 Συμπεράσματα.....	81
BIBΛΙΟΓΡΑΦΙΑ.....	83
ΚΕΦΑΛΑΙΟ 5. Μελέτη αστοχίας διεπιφάνειας ίνας / μήτρας με τη μέθοδο πεπερασμένων στοιχείων.....	84
5.1 Βιβλιογραφική ανασκόπηση .....	86
5.2 Μοντέλο νανοδιείσδυσης .....	91
5.3 Αριθμητικά αποτελέσματα .....	94
5.3.1 Επίδραση της πυκνότητας διακριτοποίησης.....	94
5.3.2 Επίδραση του συντελεστή τριβής.....	96
5.3.3 Επίδραση του μέτρου ελαστικότητας και του ορίου διαρροής της μήτρας .....	97

5.3.4 Κατανομή τάσεων και πλαστικής παραμόρφωσης.....	98
5.4 Συμπεράσματα.....	102
ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ.....	102
Παράρτημα.....	104
ΒΙΟΓΡΑΦΙΚΟ ΣΗΜΕΙΩΜΑ.....	107

## ΚΑΤΑΛΟΓΟΣ ΣΧΗΜΑΤΩΝ ΚΑΙ ΠΙΝΑΚΩΝ

<b>Σχήμα 1.1:</b> Τέσσερις τύποι δομών CFRPs: (a) σύνθετα μονής διεύθυνσης, (b) σύνθετα cross-ply, (c) 2D υφαντά CFRPs, και (d) 3D ορθογώνια υφαντά CFRPs [1]. .....	1
<b>Σχήμα 1.2:</b> Αυτοκίνητο υψηλών επιδόσεων.....	3
<b>Σχήμα 1.3:</b> Τρεις τύποι βλαβών στα CFRPs: (a) θραύση ινών, (b) cross-ply ρωγμή και (c) αποκόλληση [1]. .....	5
<b>Σχήμα 1.4:</b> Δομικά επίπεδα ενός συνθέτου ενισχυμένου με ίνες: μοριακό επίπεδο (a), μικροεπίπεδο (b) και μεσοεπίπεδο (c) [9]. .....	6
<b>Σχήμα 2.1:</b> (a) Σχηματική απεικόνιση δοκιμής push-in σε ίνα και (b) αντιπροσωπευτική καμπύλη φορτίου-μετατόπισης ίνας [20]. .....	11
<b>Σχήμα 2.2:</b> Δοκιμή Push-out [20]. .....	12
<b>Σχήμα 2.3:</b> Διεπιφανειακή κατανομή των διατμητικών τάσεων κατά μήκος του ενσωματωμένου μήκους: κατά τη στιγμή της έναρξης της ρωγμής (1) και σε προχωρημένο στάδιο αποκόλλησης όταν το μήκος ρωγμής είναι $a = 50 \mu\text{m}$ (2) [22]. .....	13
<b>Σχήμα 2.4:</b> Απεικόνιση του ανοίγματος ρωγμής στη δοκιμή microbond κατά το μοριακό επίπεδο. Στην περιοχή $f_d$ , δρουν μόνο διασπορά δυνάμεων (van der Waals), και στην περιοχή $f_{ab}$ δρουν και διασπορά και αλληλεπιδράσεις οξέος-βάσεως [24]. .....	14
<b>Σχήμα 2.5:</b> Νόμος πολυγραμμικού δεσμού που χρησιμοποιείται στο μοντέλο με δύο στάδια αποκόλλησης (ατελής διεπιφάνεια) [26]. .....	15
<b>Σχήμα 3.1:</b> Καμπύλη φόρτισης-αποφόρτισης σε συμβατικό πείραμα νανοδιείσδυσης [2]. .....	22
<b>Σχήμα 3.2:</b> Υπολογισμός του έργου πλαστικής και ελαστικής παραμόρφωσης [2]. .....	24

<b>Σχήμα 3.3:</b> Νανοδιείσδυση με κωνικό ή πυραμιδικό εντυπωτή κατά τη μέγιστη φόρτιση (πάνω) και μετά την αποφόρτιση (κάτω) με βάση το μοντέλο Oliver – Pharr [2].	25
<b>Σχήμα 3.4:</b> Κατανομή της πίεσης ( $p_m$ ) στην περιοχή της επαφής ακτίνας $a$ για πλήρως ελαστική επαφή [12].	29
<b>Σχήμα 3.5:</b> Επίδραση της φθοράς (αύξηση της καμπυλότητας) της ακίδας του εγχαράκτη [24].	32
<b>Σχήμα 3.6:</b> Μεταβολή της επιφάνειας επαφής μετά την αποφόρτιση [2].	33
<b>Σχήμα 3.7:</b> Επίδραση των φαινομένων βύθισης και συσσώρευσης στο βάθος επαφής [28].	34
<b>Σχήμα 4.1:</b> Διάταξη νανοδιείσδυσης ( $\alpha$ ) εξωτερικά, ( $\beta$ ) εσωτερικά και ( $\gamma$ ) ο δειγματοφορέας της διάταξης.	38
<b>Σχήμα 4.2:</b> Διάγραμμα του συστήματος εγχάραξης.	39
<b>Σχήμα 4.3:</b> Χαρακτηριστικά του χρησιμοποιούμενου εγχαράκτη γεωμετρίας Berkovich	40
<b>Σχήμα 4.4:</b> Μελέτη δειγμάτων συνθέτου ινών άνθρακα/εποξικής ρητίνης με προσανατολισμό ινών $0^\circ$ , $45^\circ$ και $90^\circ$ .	41
<b>Σχήμα 4.5:</b> Μικροδομή συνθέτου ινών άνθρακα-εποξικής ρητίνης με προσανατολισμό ινών στις $0^\circ$ , ( $\alpha$ ) Εικόνα OM, ( $\beta$ ) Εικόνα SPM και ( $\gamma$ ) Εικόνα SEM.	42
<b>Σχήμα 4.6:</b> Μικροδομή συνθέτου ινών άνθρακα-εποξικής ρητίνης με προσανατολισμό ινών στις $45^\circ$ , ( $\alpha$ ) Εικόνα OM, ( $\beta$ ) Εικόνα SPM και ( $\gamma$ ) Εικόνα SEM.	43
<b>Σχήμα 4.7:</b> Μικροδομή συνθέτου ινών άνθρακα-εποξικής ρητίνης με προσανατολισμό ινών στις $90^\circ$ , ( $\alpha$ ) Εικόνα OM, ( $\beta$ ) Εικόνα SPM και ( $\gamma$ ) Εικόνα SEM.	43
<b>Σχήμα 4.8:</b> Μορφολογία επιφάνειας συνθέτου $90^\circ$ ( $\alpha$ ) μετά την κοπή του δείγματος και ( $\beta$ ) μετά από μη προσεκτική λείανση και στίλβωση.	44
<b>Σχήμα 4.9:</b> Διαγράμματα φορτίου-μετατόπισης των συνθέτων ινών άνθρακα-εποξειδικής ρητίνης με προσανατολισμό ινών $0^\circ$ , $45^\circ$ και $90^\circ$ .	45
<b>Σχήμα 4.10:</b> Πολυκυκλικές μετρήσεις νανοδιείσδυσης με αυξανόμενο επιβαλλόμενο φορτίο από 1500 έως 10000 $\mu\text{N}$ , με βήμα 500 $\mu\text{N}$ δείγματος με προσανατολισμό ινών $0^\circ$ .	46
<b>Σχήμα 4.11:</b> Πολυκυκλικές μετρήσεις νανοδιείσδυσης με αυξανόμενο επιβαλλόμενο φορτίο από 1500 έως 10000 $\mu\text{N}$ , με βήμα 500 $\mu\text{N}$ δείγματος με προσανατολισμό ινών $45^\circ$ .	47

<b>Σχήμα 4.12:</b> Πολυκυκλικές μετρήσεις νανοδιείσδυσης με αυξανόμενο επιβαλλόμενο φορτίο από 1500 έως 10000 $\mu\text{N}$ , με βήμα 500 $\mu\text{N}$ δείγματος με προσανατολισμό ινών $90^\circ$ .	48
<b>Σχήμα 4.13:</b> Μέτρο ελαστικότητας δείγματος πριν και μετά το pop-in.	49
<b>Σχήμα 4.14:</b> Σκληρότητα δείγματος πριν και μετά το pop-in.	49
<b>Σχήμα 4.15:</b> Διάγραμμα φορτίου-χρόνου μονοκυκλικής φόρτισης-αποφόρτισης	50
<b>Σχήμα 4.16:</b> Μονοκυκλικές μετρήσεις νανοδιείσδυσης, με επιβαλλόμενο φορτίο 30000 $\mu\text{N}$ , δείγματος με προσανατολισμό ινών $0^\circ$ .	51
<b>Σχήμα 4.17:</b> Μονοκυκλικές μετρήσεις νανοδιείσδυσης, με επιβαλλόμενο φορτίο 30000 $\mu\text{N}$ , δείγματος με προσανατολισμό ινών $45^\circ$ .	52
<b>Σχήμα 4.18:</b> Μονοκυκλικές μετρήσεις νανοδιείσδυσης, με επιβαλλόμενο φορτίο 30000 $\mu\text{N}$ , δείγματος με προσανατολισμό ινών $90^\circ$ .	53
<b>Σχήμα 4.19:</b> Εικόνα οπτικού μικροσκοπίου (1000x) με το αποτύπωμα μιας διείσδυσης, η οποία πραγματοποιήθηκε σε ένα “πακέτο” μήτρας με ακτίνα 5,71 $\mu\text{m}$ [6].	54
<b>Σχήμα 4.20:</b> Μέτρο ελαστικότητας συναρτήσει βάθους διείσδυσης για μετρήσεις νανοδιείσδυσης σε καθαρή 6376 ρητίνη και σε δύο “πακέτα” ρητίνης [6].	54
<b>Σχήμα 4.21:</b> Διάγραμμα φορτίου-χρόνου πολυκυκλικής φόρτισης-αποφόρτισης	55
<b>Σχήμα 4.22:</b> Πολυκυκλικές μετρήσεις νανοδιείσδυσης με αυξανόμενο επιβαλλόμενο φορτίο από 1500 έως 34500 $\mu\text{N}$ , με βήμα 1500 $\mu\text{N}$ δείγματος με προσανατολισμό ινών $0^\circ$ .	56
<b>Σχήμα 4.23:</b> Πολυκυκλικές μετρήσεις νανοδιείσδυσης με αυξανόμενο επιβαλλόμενο φορτίο από 1500 έως 34500 $\mu\text{N}$ , με βήμα 1500 $\mu\text{N}$ δείγματος με προσανατολισμό ινών $45^\circ$ .	59
<b>Σχήμα 4.24:</b> Εικόνες SPM και SEM δείγματος με προσανατολισμό ινών $90^\circ$ πριν και μετά τις μετρήσεις νανοδιείσδυσης με εμφανή το πλέγμα 8x8.	60
<b>Σχήμα 4.25:</b> Μεγεθύνσεις αποτυπωμάτων εικόνας SEM σε διαφορετικά σημεία.	61
<b>Σχήμα 4.26:</b> Εικόνες SEM και SPM με εμφανή το αποτύπωμα της 50 <sup>ης</sup> μέτρησης.	62
<b>Σχήμα 4.27:</b> Πολυκυκλικές μετρήσεις νανοδιείσδυσης με αυξανόμενο επιβαλλόμενο φορτίο από 1500 έως 34500 $\mu\text{N}$ , με βήμα 1500 $\mu\text{N}$ δείγματος με προσανατολισμό ινών $90^\circ$ , στο κέντρο της ίνας.	63

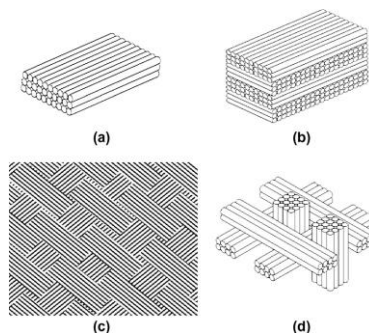
<b>Πίνακας 4.1:</b> Μέτρο ελαστικότητας και σκληρότητα των μετρήσεων στο κέντρο της ίνας. ....	63
<b>Σχήμα 4.28:</b> Εικόνα SEM με εμφανή το αποτύπωμα της 33 <sup>ης</sup> μέτρησης. ....	64
<b>Σχήμα 4.29:</b> Πολυκυκλικές μετρήσεις νανοδιείσδυσης με αυξανόμενο επιβαλλόμενο φορτίο από 1500 έως 34500 $\mu\text{N}$ , με βήμα 1500 $\mu\text{N}$ δείγματος με προσανατολισμό ινών 90°, στο άκρο της ίνας. ....	64
<b>Σχήμα 4.30:</b> Εικόνα SPM με εμφανή τα αποτυπώματα των 45, 51 και 54 μετρήσεων και εικόνα SEM με εμφανή το αποτύπωμα της 51 <sup>ης</sup> μέτρησης. .	65
<b>Σχήμα 4.31:</b> Πολυκυκλικές μετρήσεις νανοδιείσδυσης με αυξανόμενο επιβαλλόμενο φορτίο από 1500 έως 34500 $\mu\text{N}$ , με βήμα 1500 $\mu\text{N}$ δείγματος με προσανατολισμό ινών 90°, στη μήτρα. ....	66
<b>Σχήμα 4.32:</b> Πολυκυκλικές μετρήσεις νανοδιείσδυσης με αυξανόμενο επιβαλλόμενο φορτίο από 1500 έως 34500 $\mu\text{N}$ , με βήμα 1500 $\mu\text{N}$ δείγματος με προσανατολισμό ινών 90°, στη διεπιφάνεια ίνας-μήτρας. ....	67
<b>Σχήμα 4.33:</b> Αντιπροσωπευτικό διάγραμμα φορτίου-μετατόπισης δοκιμής push-out που εκτελείται με ακίδα Berkovich. Τα στάδια στα οποία γίνονται οι μετρήσεις μικροσκοπικής ανάλυσης υποδεικνύονται με βέλη (1-4) [7]. ...	69
<b>Σχήμα 4.34:</b> Ανάλυση SEM των επιφανειών του δείγματος μετά από διακοπή των δοκιμών push-out σε διάφορα στάδια. Η αρίθμηση των σταδίων φαίνεται στο Σχήμα 4.28. (a) σημείο 1, (b) σημείο 2, (c) στην πίσω πλευρά του δείγματος, σημείο 2, (d) σημείο 3, (e) σημείο 4, (f) στην πίσω πλευρά του δείγματος, σημείο 4 [7]. ....	70
<b>Σχήμα 4.35:</b> Σχηματική απεικόνιση των πλαστικών και ελαστικών παραμορφώσεων του δείγματος push-out στο σημείο 3. Η διακεκομμένη γραμμή σηματοδοτεί την θέση της επιφάνειας των ινών υπό φορτίο, ενώ η συνεχής γραμμή μετά την αποφόρτιση [7]. ....	71
<b>Σχήμα 4.36:</b> Τοπικές μικροδομές στην επιφάνεια του δείγματος (α) Μικροδομή 1, (β) Μικροδομή 2 και (γ) Μικροδομή 3. ....	73
<b>Σχήμα 4.37:</b> Καμπύλες φορτίου-μετατόπισης “Μικροδομής 1”. ....	74
<b>Σχήμα 4.38:</b> Καμπύλες φορτίου-μετατόπισης “Μικροδομής 2”. ....	74
<b>Σχήμα 4.39:</b> Καμπύλες φορτίου-μετατόπισης “Μικροδομής 3”. ....	75
<b>Πίνακας 4.2:</b> Τιμές μέτρου ελαστικότητας και σκληρότητας και κύκλος πριν και μετά το pop-in για τις τρεις διαφορετικές τοπικές μικροδομές. ....	76
<b>Σχήμα 4.40:</b> Σύγκριση μέτρου ελαστικότητας πριν και μετά το pop-in των τριών διαφορετικών τοπικών μικροδομών. ....	77
<b>Σχήμα 4.41:</b> Σύγκριση σκληρότητας πριν και μετά το pop-in των τριών διαφορετικών τοπικών μικροδομών. ....	77

<b>Σχήμα 4.42:</b> Σύγκριση ελαστικής ενέργειας των τριών διαφορετικών τοπικών μικροδομών. ....	78
<b>Σχήμα 4.43:</b> Σύγκριση ελαστικής ενέργειας των τριών διαφορετικών τοπικών μικροδομών .....	78
<b>Σχήμα 4.44:</b> Σύγκριση εμφάνισης pop-in στις πολυκυκλικές και μονοκυκλικές φορτίσεις της “Μικροδομής 1” .....	79
<b>Σχήμα 4.45:</b> Σύγκριση εμφάνισης pop-in στις πολυκυκλικές και μονοκυκλικές φορτίσεις της “Μικροδομής 2”. .....	79
<b>Σχήμα 4.46:</b> Σύγκριση εμφάνισης pop-in στις πολυκυκλικές και μονοκυκλικές φορτίσεις της “Μικροδομής 3” .....	80
<b>Σχήμα 4.47:</b> Σύγκριση ποσοστού εμφάνισης pop-in κατά την αποκόλληση της διεπιφάνειας των συνθέτων με προσανατολισμό ινών 0°, 45° και 90°....	80
<b>Σχήμα 5.1:</b> (a) Γεωμετρία του μοντέλου πεπερασμένων στοιχείων για την προσομοίωση δοκιμής push-in συνθέτου με εξαγωνική διάταξη ινών. (b) Λεπτομέρεια της διακριτοποίησης των πεπερασμένων στοιχείων γύρω από την κεντρική ίνα. ....	87
<b>Σχήμα 5.2:</b> Μοντέλο FEM.....	88
<b>Σχήμα 5.3:</b> Σχηματικό διάγραμμα της δοκιμής διείδυσης ενός μοντέλου συνθέτου ινών-διεπιφάνειας-μήτρας. ....	88
<b>Σχήμα 5.4:</b> Διακριτοποίηση τρισδιάστατου μοντέλου νανοδιείδυσης (α) με ακίδα Berkovich και (β) κυλινδρική επίπεδη ακίδα. ....	89
<b>Σχήμα 5.5:</b> Προσομοίωση μηχανισμού βλάβης στο πολυμερικό σύνθετο ενισχυμένο με ίνες: Ανταγωνισμός των μηχανισμών βλάβης. (a και b) Διεπιφάνεια που έχει υποστεί βλάβη (κόκκινη περιοχή) σε μία περιοχή μακριά από την πρώτη ρωγματομένη ίνα, ρωγμή μήτρας που σχηματίζεται μακριά από την περιοχή με κατεστραμμένη διεπιφάνεια. (c) η τάση σε μια ίνα είναι χαμηλότερη από ότι σε άλλες ίνες αν έχει υποστεί βλάβη. ....	90
<b>Σχήμα 5.6:</b> Γεωμετρία αξονοσυμμετρικού προβλήματος. ....	92
<b>Πίνακας 5.1:</b> Ιδιότητες υλικών.....	92
<b>Σχήμα 5.7:</b> Διακριτοποίηση στην περιοχή ίνας-μήτρας (αριστερά) και επαφής ακίδας-ίνας (δεξιά) με τη χαρακτηριστική πυκνωση των στοιχείων. ....	93
<b>Πίνακας 5.2:</b> Τιμές μέτρου ελαστικότητας και ορίου διαρροής της μήτρας	94
<b>Σχήμα 5.8:</b> Παράδειγματα της γεωμετρίας και των διαφορών διακριτοποιήσεων του προβλήματος της νανοδιείδυσης με τη ΜΠΣ. ....	95

<b>Σχήμα 5.9:</b> Διαγράμματα φορτίου-μετατόπισης για τέσσερις διαφορετικές διακριτοποιήσεις.....	96
<b>Σχήμα 5.10:</b> Σύγκριση διαγραμμάτων φορτίου-μετατόπισης με διαφορετικούς συντελεστές τριβής.....	97
<b>Σχήμα 5.11:</b> Σύγκριση διαγραμμάτων φορτίου-μετατόπισης με διαφορετικές τιμές μέτρου ελαστικότητας και ορίου διαρροής της μήτρας. ....	98
<b>Σχήμα 5.12:</b> Κατανομή της τάσης Von Mises για διαφορετικές εφαρμοζόμενες μετατοπίσεις.....	100
<b>Σχήμα 5.13:</b> Κατανομή της πλαστικής παραμόρφωσης Von Mises για διαφορετικές εφαρμοζόμενες μετατοπίσεις.....	101

## ΚΕΦΑΛΑΙΟ 1. Σύνθετα Υλικά Πολυμερικής Μήτρας Ενισχυμένα με Ίνες Άνθρακα

Τα πολυμερικά σύνθετα ενισχυμένα με ίνες άνθρακα (Carbon Fiber Reinforced Polymer Composites-CFRPs) κατασκευάζονται με ανάμειξη ινών άνθρακα και πλαστικής ρητίνης υπό καθορισμένες συνθήκες. Τα σύνθετα αυτά διακρίνονται από την υψηλή τους αντοχή και ακαμψία, τη χαμηλή πυκνότητα, τις εξαιρετικές ιδιότητες διαβροχής και τις υψηλές αντιστάσεις στην επιρροή και τη διάβρωση σε συνδυασμό με την τροποποιήσιμη θερμική διαστολή. Η απλούστερη δομή των CFRPs είναι σύνθετα μιας κατεύθυνσης στα οποία όλες οι ίνες είναι τοποθετημένες παράλληλες μεταξύ τους προς την ίδια διεύθυνση στην πολυμερική μήτρα, όπως φαίνεται στο **Σχήμα 1.1(a)**. Η πιο κοινή μορφή CFRPs είναι το πολυστρωματικό cross-ply, όπως είναι η επίστρωση μιας ακολουθίας στρώσεων μονής κατεύθυνσης. Συνήθως τα πολυστρωματικά cross-ply, όπως φαίνεται στο **Σχήμα 1.1(b)**, παρουσιάζουν πολύπλοκες διαδικασίες βλάβης που περιλαμβάνουν αποκόλληση των ινών-μήτρας, εγκάρσιες ρωγμές, αποφλοίωση και αστοχία των ινών. Σε άλλα δομικά μοντέλα, όπως στα CFRPs ενισχυμένα με ύφασμα, όπως φαίνεται στο **Σχήμα 1.1(c)**, οι ίνες πλέκονται η μία γύρω από την άλλη. Αυτή η ειδική δομή βελτιώνει την ανοχή βλάβης των συνθέτων. Επιπλέον, έχουν αναπτυχθεί τα τρισδιάστατα ορθογωνικά υφασμένα CFRPs, όπως φαίνεται στο **Σχήμα 1.1(d)**, στα οποία οι ίνες τοποθετούνται σε τρεις ορθογώνιες διευθύνσεις η μια με την άλλη. Λόγω του προτύπου cross-over, αυτή η δομή πολλαπλών διευθύνσεων προσδίδει στα CFRPs καλύτερη αντίσταση αποκόλλησης. Εκτός από την ενίσχυση, ινών άνθρακα, τα CFRPs αποτελούνται από εποξειδικές μήτρες, οι οποίες καθορίζουν το μοτίβο των CFRPs. Αν και η εποξική μήτρα δεν έχει τόση αντοχή όσο οι ίνες άνθρακα, βοηθά τη μεταφορά φορτίων εντός των συνθέτων υλικών [1].



**Σχήμα 1.1:** Τέσσερις τύποι δομών CFRPs: (a) σύνθετα μονής διεύθυνσης, (b) σύνθετα cross-ply, (c) 2D υφαντά CFRPs, και (d) 3D ορθογώνια υφαντά CFRPs [1].



## 1.1 Μηχανικές Ιδιότητες

Τα CFRPs χρησιμοποιούνται ευρέως σε πολλές εφαρμογές λόγω των εξαιρετικών μηχανικών ιδιοτήτων τους. Το υλικό αυτό έχει πολύ υψηλό μέτρο ελαστικότητας και υψηλή αντοχή σε εφελκυσμό περίπου 7 GPa. Η χαμηλή πυκνότητα και η χαμηλή θερμική διαστολή είναι επίσης δύο από τους λόγους της ευρείας χρήσης του. Επιπλέον, τα CFRPs έχουν υψηλή χημική αδράνεια και μπορούν να χρησιμοποιηθούν σε διαβρωτικό περιβάλλον. Αν και μερικές φορές μπορεί να παρατηρηθεί αστοχία υπό φορτίο κόπωσης, τα CFRPs έχουν καλύτερη συμπεριφορά κόπωσης από τα μέταλλα. Το όριο αντοχής των CFRPs φτάνει περίπου 60-80% της τάσης θραύσης, ενώ το όριο αντοχής των μετάλλων φτάνει μόνο περίπου το 30% της τάσης θραύσης [2]. Ωστόσο, τα CFRPs είναι σχετικά εύθραυστα σε σύγκριση με τα μεταλλικά υλικά. Κατά τη διάρκεια της κόπωσης, μπορεί να συμβεί αποκόλληση στα CFRPs. Ακόμη, έχει διεξαχθεί μελέτη με την επίδραση της υγρασίας στα CFRPs [3] και έχει αποδειχθεί ότι οι μηχανικές ιδιότητες των CFRPs επιδεινώνονται λόγω της υγρασίας.

## 1.2 Εφαρμογές

Η ενίσχυση συνθέτων πολυμερικής μήτρας με ίνες άνθρακα άρχισε να χρησιμοποιείται για εμπορική παραγωγή στη δεκαετία του 1960. Για ένα εύρος πιθανών εφαρμογών, ιδιαίτερα στον τομέα της μηχανολογίας, της αεροπορίας και της αυτοκινητοβιομηχανίας, οι ίνες άνθρακα κατά κύριο λόγο προτιμώνται για ενίσχυση σε σύνθετα υλικά λόγω των εξαιρετικών ιδιοτήτων τους, όπως η υψηλή ειδική αντοχή και ακαμψία, η απόδοση στην αναλογία βάρους, η υψηλή θερμική σταθερότητα, η υψηλή αγωγιμότητα και η αντίσταση σε διάβρωση. Τα CFRPs έχουν χρησιμοποιηθεί ευρέως σε σημαντικά εξαρτήματα και δομές, όπως στην άτρακτο αεροσκαφών και στις δομές των πτερυγίων, στους ρότορες ελικοπτέρων και στις λεπίδες ανεμογεννητριών, σε δομές οδικών και θαλάσσιων αμαξωμάτων, καθώς και σε γέφυρες και μεγάλα αστικά έργα υποδομής. Η απόδοση των οχημάτων και των δομικών εγκαταστάσεων έχει βελτιωθεί σημαντικά με τη χρήση CFRPs, λόγω της μείωσης του βάρους τους και της ταυτόχρονης αύξησης της αντοχής και της ανθεκτικότητας τους. Για παράδειγμα, η εφαρμογή των CFRPs στο νέο Boeing 787 έχει φτάσει στο 60% του συνόλου των στοιχείων που χρησιμοποιούνται, το οποίο έχει οδηγήσει σε αύξηση 20% στην απόδοση καυσίμου [1].

Τα σύνθετα υλικά ενισχυμένα με ίνες άνθρακα χρησιμοποιούνται, επίσης για εφαρμογές σε ανεμογεννήτριες στα ενεργειακά συστήματα της αυτοκινητοβιομηχανίας, σε κυψέλες καυσίμου, σε πλατφόρμες υπεράκτιων – θαλάσσιων γεωτρήσεων, σε στροβιλομηχανές, για μεταφορά και αποθήκευση συμπιεσμένου φυσικού αερίου, για αντιστατικά και ηλεκτρομαγνητικά υλικά θωράκισης [4]. Οι Liu και Kumar [5] επανεξέτασαν την υπάρχουσα πρόοδο της δομής των ινών άνθρακα, την κατασκευή και τις ιδιότητες τους, συμπεριλαμβάνοντας την ενσωμάτωση των νανοσωλήνων στις πρόδρομες ίνες για τη βελτίωση των μηχανικών ιδιοτήτων. Ωστόσο, οι βασικές μηχανικές ιδιότητες αυτών των συνθέτων υλικών, όπως η ανθεκτικότητα, η διαμήκη ή εγκάρσια αντοχή περιορίζονται από την κακή διεπιφανειακή πρόσφυση μεταξύ της επιφάνειας των ινών άνθρακα και των πολυμερικών υλικών.



Σχήμα 1.2: Αυτοκίνητο υψηλών επιδόσεων.

Η χρήση των συνθέτων υλικών ινών άνθρακα / πολυμερικής μήτρας σε αυτοκίνητα υψηλών επιδόσεων μπορεί να οδηγήσει σε εξοικονόμηση βάρους 75-80% του χάλυβα, 30-40% του αλουμινίου, και 50% του συνθέτου ενισχυμένου με ίνες γυαλιού. Η Ford, το 1979, παρήγαγε ένα αυτοκίνητο σχεδόν εξ ολοκλήρου από σύνθετα ινών άνθρακα για την αντιμετώπιση του υψηλού

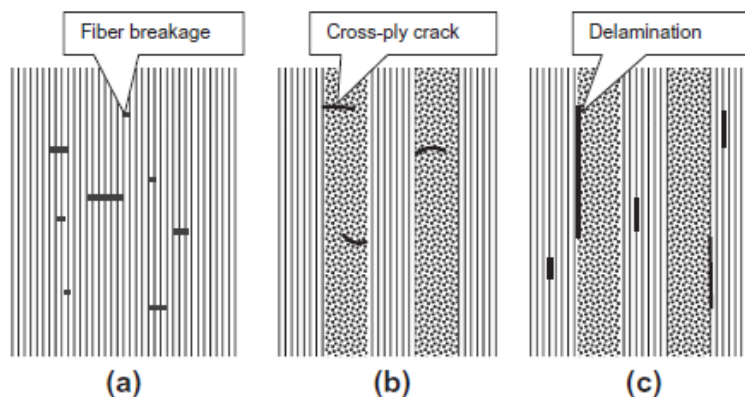
κόστους των καυσίμων. Η χρήση συνθέτων υλικών μείωσε το βάρος κατά 544 kg σε σύγκριση με τον ισοδύναμο χάλυβα. Η Lamborghini Murcielago χρησιμοποιεί σύνθετα υλικά με ίνες άνθρακα στις εξωτερικές πόρτες. Η Ferrari Enzo (Σχήμα 1.2) χρησιμοποιεί σύνθετα ινών άνθρακα στον σκελετό. Η Porsche Carrera GT ζυγίζει μόλις 1.380 kg και είναι το πρώτο οδικό όχημα με το κάτω μέρος του αμαξώματος να είναι εξ ολοκλήρου από σύνθετα με ίνες άνθρακα [6].

### 1.3 Μηχανισμοί βλάβης και αστοχίας των συνθέτων υλικών CFRP

Ένα από τα κρίσιμα ζητήματα για την επιτυχή εφαρμογή των CFRPs είναι η εκτίμηση της κατάστασης βλάβης και η ακριβής πρόβλεψη της υπολειπόμενης διάρκειας ζωής των δομικών στοιχείων του CFRP. Ο προσδιορισμός της

βλάβης και η πρόβλεψη της απομένουσας ζωής των συστατικών του CFRP που εκτίθεται σε πολύπλοκες φορτίσεις παίζουν βασικό ρόλο στη λειτουργία και την ασφάλεια των συστημάτων. Υπό απαιτητικά περιβάλλοντα και φορτίσεις κατά τη λειτουργία μπορεί να συμβεί σε αυτά τα υλικά βλάβη, υπό τη μορφή της διείδυσης, της αποκόλλησης ή/και της εγκάρσιας ρηγματώσης. Με συνεχή παρακολούθηση μπορεί να καταστεί δυνατή η πρόβλεψη της υπολειπόμενης διάρκειας ζωής, και με τη σειρά της μπορεί να παρέχει έλεγχο παράτασης ζωής ή περιορισμό των βλαβών, έτσι ώστε να βελτιωθεί η ασφάλεια και η αξιοπιστία των δομικών στοιχείων και να προβλεφθούν οι καταστροφικές αστοχίες. Τα CFRPs είναι πολυλειτουργικά υλικά στα οποία η βλάβη συνδέεται με την ηλεκτρική αντίσταση του υλικού, παρέχοντας τη δυνατότητα πληροφοριών σε πραγματικό χρόνο σχετικά με την κατάσταση βλάβης, μέσω της παρακολούθησης της αντίστασης. Έχει διεξαχθεί πειραματική εργασία στηριζόμενη στα ηλεκτρικά αγωγά χαρακτηριστικά των ινών άνθρακα για την ανίχνευση βλαβών στα CFRPs. Συγκριτικά με τις κλασικές μη καταστροφικές τεχνικές αξιολόγησης, όπως η ακουστική εκπομπή, έχει αποδειχθεί ότι η μέτρηση της αντίστασης επιτρέπει την παρακολούθηση της εξέλιξης in-situ διαφόρων εσωτερικών βλαβών πυρήνωσης και την ανάπτυξη φαινομένων όπως θραύσεις ινών, ρωγμών στη μήτρα και αποκόλληση ίνας-μήτρας [7, 8].

Υπάρχουν τρεις βασικοί τύποι βλαβών στα CFRPs υπό συνθήκες φόρτισης. Η θραύση ίνας, όπως παρουσιάζεται στο **Σχήμα 1.3(a)**, είναι ένας από τους βασικούς τύπους βλάβης, όπου οι σπασμένες ίνες χάνουν την αντοχή τους και την ικανότητα μεταφοράς φορτίων. Η δεύτερη μορφή βλάβης είναι η δομική βλάβη της μήτρας που είναι πιο συνηθισμένη από τις βλάβες θραύσης ινών. Δεδομένου ότι η αντοχή των ινών είναι σημαντικά ισχυρότερη από της μήτρας, στα σύνθετα συνήθως η βλάβη εμφανίζεται στη μήτρα νωρίτερα από ότι στις ίνες. Παρατηρούνται συχνά δύο κύριοι τύποι βλαβών της μήτρας [3]. Η μία μορφή βλαβών της μήτρας προκαλεί περισσότερες επαφές ινών η μία με την άλλη, ενώ η άλλη μορφή είναι η βλάβη από την cross-ply ρωγμή μέσα στις στρώσεις των ινών, όπως φαίνεται στο **Σχήμα 1.3(b)**. Ο τρίτος τύπος βλαβών, όπως παρουσιάζεται στο **Σχήμα 1.3(c)**, είναι η αποκόλληση των CFRPs στην οποία λαμβάνει χώρα ο τοπικός διαχωρισμός των στρώσεων των ινών λόγω της ρηγματώσης της μήτρας μεταξύ των στρωμάτων και η αποκόλληση στη διεπιφάνεια ίνας-μήτρας. Η αποκόλληση επηρεάζει την αξιοπιστία των συνθέτων υλικών και είναι πολύ δύσκολο να ανιχνευθεί με τη χρήση συμβατικών μεθόδων μη καταστροφικού ελέγχου (ΜΚΕ) [1].



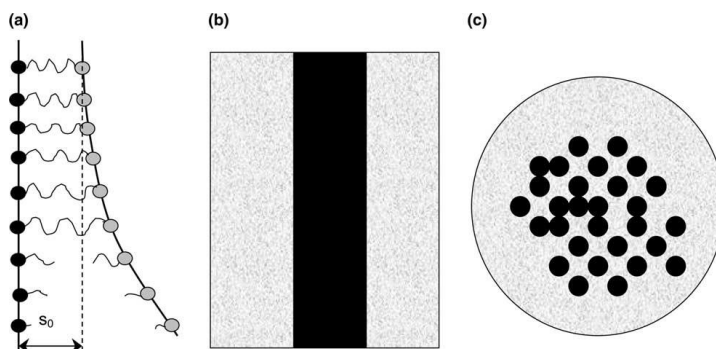
**Σχήμα 1.3:** Τρεις τύποι βλαβών στα CFRPs: (a) θραύση ινών, (b) cross-ply ρωγμή και (c) αποκόλληση [1].

#### 1.4 Διεπιφάνεια Ίνας/Μήτρας

Οι ίνες εξασφαλίζουν την αντοχή του υλικού, η μήτρα βοηθά στο να διατηρηθεί το σχήμα του, ενώ η διεπιφάνεια, ως βασικό στοιχείο του συνθέτου, μεταφέρει το φορτίο από τη μήτρα στις ίνες και, ως εκ τούτου, είναι υπεύθυνη για την επίδραση της «Ενίσχυσης».

Τα ενισχυμένα με ίνες σύνθετα μπορούν να εξεταστούν σε τέσσερα δομικά επίπεδα (**Σχήμα 1.4**). Στο **μοριακό επίπεδο (molecular level)** (**Σχήμα 1.4(a)**), η αλληλεπίδραση μεταξύ των δύο ανόμοιων φάσεων, της ίνας και της μήτρας, καθορίζεται από τις χημικές δομές και των δύο φάσεων και οφείλεται στις δυνάμεις van der Waals, τις αλληλεπιδράσεις οξέος-βάσεως και τους χημικούς δεσμούς (κυρίως των ομοιοπολικών). Από χημική άποψη, η αντοχή της διεπιφανειακής αλληλεπίδρασης εξαρτάται από την επιφανειακή συγκέντρωση των διεπιφανειακών δεσμών και τις ενέργειες δεσμού. Ποσοτικά, χαρακτηρίζεται από το έργο της πρόσφυσης, το οποίο περιλαμβάνει τις συνεισφορές όλων των τύπων φυσικών και χημικών αλληλεπιδράσεων, τόσο σε τοπικό (οξέος-βάσης, ομοιοπολικό) όσο και σε μη-τοπικό, όπως οι δυνάμεις van der Waals. Στο **επίπεδο της μικροκλίμακας (micro level)** (μονές ίνες, **Σχήμα 1.4(b)**), η διεπιφανειακή αλληλεπίδραση συνήθως περιγράφεται από τις διάφορες παραμέτρους που χαρακτηρίζουν τη μεταφορά φορτίου μέσω της διεπιφάνειας: αντοχή του δεσμού, διεπιφανειακή διατμητική τάση, κρίσιμος ρυθμός απελευθέρωσης ενέργειας, κλπ. Το **μεσοεπίπεδο (meso level)** (**Σχήμα 1.4(c)**) λαμβάνει υπόψη την πραγματική κατανομή των ενισχυτικών ινών στη μήτρα και προσδιορίζει το δομικό

στοιχείο του συνθέτου και, τέλος, το **μακροεπίπεδο (macro level)** χαρακτηρίζει τα μέρη ή, τουλάχιστον, το σύνθετο ως bulk υλικό.



**Σχήμα 1.4:** Δομικά επίπεδα ενός συνθέτου ενισχυμένου με ίνες: μοριακό επίπεδο (a), μικροεπίπεδο (b) και μεσοεπίπεδο (c) [9].

Η έννοια της διεπιφάνειας έχει σημασία στην βιβλιογραφία στα δύο πρώτα επίπεδα. Το μοριακό επίπεδο μελετάται από τη χημεία και τη μοριακή φυσική, και το κύριο αντικείμενο μελέτης είναι "η θεμελιώδης πρόσφυση", όπως η φύση και η επιφανειακή πυκνότητα των δεσμών πρόσφυσης, η επιφανειακή ενέργεια κλπ. Γενικά ζητήματα που σχετίζονται με την επιφανειακή ενέργεια εξετάζονται από τη θερμοδυναμική. Ωστόσο, από την άποψη της μηχανικής, της οποίας τα προβλήματα είναι η απόδοση μεταφοράς της τάσης και η διεπιφανειακή αντοχή, το μικρο-επίπεδο είναι το πιο σημαντικό. Οι μοριακές πτυχές της μελέτης της διεπιφάνειας αναφέρονται συχνά στη βιβλιογραφία όσον αφορά τη διαμόρφωση της διεπιφάνειας, ενώ οι μικρομηχανικές αναφέρονται σχεδόν αποκλειστικά ως ανησυχία για τη διεπιφανειακή αστοχία. Λαμβάνοντας υπόψη ότι, στην πραγματικότητα, οι μοριακές αλληλεπιδράσεις στη διεπιφάνεια επηρεάζουν άμεσα τη διεπιφανειακή αντοχή και, ως εκ τούτου, η χωριστή θεώρηση των δύο επιπέδων είναι μια υπεραπλούστευση, γίνεται περιορισμός, στην μικρομηχανική περιγραφή της διεπιφάνειας, ειδικότερα, στις τεχνικές που χρησιμοποιούνται για τον χαρακτηρισμό των ιδιοτήτων της διεπιφάνειας ινών / μήτρας. Η προσέγγιση αυτή περιλαμβάνει τρία αλληλένδετα προβλήματα: **(1)** την επιλογή των διεπιφανειακών παραμέτρων που πρέπει να μετρηθούν, **(2)** την κατάλληλη επιλογή των μικρομηχανικών δοκιμών για τον χαρακτηρισμό της διεπιφάνειας και **(3)** την ανάπτυξη μοντέλων για να σχετίζονται επαρκώς τα αποτελέσματα των δοκιμών με τις διεπιφανειακές παραμέτρους, ή, με άλλα λόγια, την κατάλληλη επεξεργασία των δεδομένων [1, 9].

## **ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ**

- [1] Wen J., Xia Z., Choy F., Damage detection of carbon fiber reinforced polymer composites via electrical resistance measurement, *Composites: Part B* 42 77–86(2011).
- [2] Schulte K., Baron C., Load and failure analyses of CFRP laminates by means of electrical resistivity measurements, *Composite Science and Technology* 36:63–76(1989).
- [3] Selzer R., Friedrich K., Mechanical properties and failure behaviour of carbon fiber-reinforced polymer composites under the influence of moisture, *Composites Part A* 28A:595–604(1997).
- [4] Sharma M., Gao S., Mader E., Sharma H., Yew Wei L., Bijwe J., Carbon fiber surfaces and composite interphases, *Composites Science and Technology* 102 35–50(2014).
- [5] Liu Y., Kumar S., Recent progress in fabrication, structure, and properties of carbon fibers, *Polymer Rev* 52(3–4):234–58(2012).
- [6] Davies I. J., Applications of composite materials, Department of Mechanical Engineering, Curtin University of Technology, Australia
- [7] Wang S.K., Chung D.DL., Mechanical damage in carbon fiber polymer–matrix composite, studied by electrical resistance measurement, *Composite Interface* 9(1):51–60(2002).
- [8] Wang S.K., Mei Z., Chung D.DL., Interlaminar damage in carbon fiber polymer– matrix composites, studied by electrical resistance measurement, *Int J Adhes Adhes* 21:465–71(2001).
- [9] Zhandarov S., Mader E., Characterization of fiber/matrix interface strength: applicability of different tests, approaches and parameters, *Composites Science and Technology* 65 149–160(2005).

## ΚΕΦΑΛΑΙΟ 2. Χαρακτηρισμός διεπιφάνειας ίνας/μήτρας

Τα σύνθετα υλικά πολυμερικής μήτρας ενισχυμένα με ίνες περιέχουν ένα μεγάλο κλάσμα όγκου ινών μικρής διαμέτρου, οδηγώντας σε μια πολύ μεγάλη περιοχή διεπιφάνειας ανά μονάδα όγκου (της τάξης των  $10^5 \text{ m}^2 / \text{m}^3$  σε τυπικά σύνθετα υλικά με ίνες άνθρακα). Ως αποτέλεσμα, η μηχανική απόδοση του συνθέτου δεν εξαρτάται μόνο από τις μηχανικές ιδιότητες της μήτρας και των ινών αλλά και από τη χωρική κατανομή και την αντοχή της διεπιφάνειας. Μία καλή διεπιφανειακή πρόσφυση εξασφαλίζει την αποτελεσματική μεταφορά φορτίου από την μήτρα προς την ίνα και οι μηχανικές ιδιότητες κατά την κάθετη διεύθυνση των ινών, καθώς και η αντοχή σε διάτμηση και αστοχία επηρεάζονται από τις ιδιότητες της επιφάνειας [1-5]. Η πρόσφυση της διεπιφάνειας ινών / μήτρας επιτυγχάνεται με διαφορετικούς μηχανικούς, φυσικούς και χημικούς μηχανισμούς και επηρεάζεται επίσης από τις θερμικές παραμένουσες τάσεις, ενώ ο σχεδιασμός ισχυρότερων διεπιφανειών ινών-μήτρας είναι μια πολύ ενεργή περιοχή έρευνας [6].

### 2.1 Τεχνικές Χαρακτηρισμού Διεπιφάνειας

Το κρίσιμο μέγεθος που έχει σημασία για τον χαρακτηρισμό των μηχανικών ιδιοτήτων της διεπιφάνειας ινών / μήτρας είναι η διεπιφανειακή διατμητική αντοχή (Interfacial Shear Strength-IFSS). Παρά τη μεγάλη σπουδαιότητα αυτής της παραμέτρου, δεν υπάρχει κοινή αποδοχή για τη βέλτιστη τεχνική μέτρησης της IFSS, ούτε υπάρχει μια πρότυπη διαδικασία. Οι διεπιφανειακές ιδιότητες μπορούν να αξιολογηθούν με μικρομηχανικές τεχνικές, καθώς και με μακρομηχανικές δοκιμές. Οι μακρομηχανικές δοκιμές, όπως η δοκιμή διαστρωματικής διατμητικής αντοχής, σύμφωνα με το πρότυπο ASTM D2344, έχουν χρησιμοποιηθεί για την εκτίμηση των διεπιφανειακών ιδιοτήτων, αλλά δεν μπορούν να παρέχουν μια έμμεση, ποιοτική εκτίμηση λόγω των πολύπλοκων και πολυκλίμακων αλληλεπιδράσεων που εμπλέκονται στο μηχανισμό αστοχίας. Αντίθετα, οι μικρομηχανικές δοκιμές υπολογίζουν απευθείας την IFSS και μπορούν να χωριστούν σε δύο ομάδες ανάλογα με το αν οι μετρήσεις διενεργούνται σε μικροσύνθετα που αποτελούνται από μονές ίνες ή δέσμες ινών ενσωματωμένες στη μήτρα ή από δείγματα πραγματικών συνθέτων [4].

Οι τεχνικές χαρακτηρισμού που εφαρμόζονται σε μικροσύνθετα μονής ίνας περιλαμβάνουν τη δοκιμή fragmentation [7], τη δοκιμή συμπίεσης ενιαίας ίνας [8], τη δοκιμή pull-out [9] και τη δοκιμή microdroplet [10]. Πραγματοποιούνται σε δείγματα μικροσυνθέτων ειδικά κατασκευασμένα για το σκοπό αυτό και η αντοχή της διεπιφάνειας προέρχεται βάσει απλουστευμένων μοντέλων μεταφοράς φορτίου, κατάλληλων για αυτόν τον τύπο μικροσυνθέτου. Παρόλο που οι τεχνικές αυτές χρησιμοποιούνταν ευρέως στο παρελθόν, ήταν πάντα γνωστό ότι το τοπικό περιβάλλον σε αυτά τα μικροσύνθετα δεν ήταν αντιπροσωπευτικό των μηχανικών και των φυσικοχημικών συνθηκών των πραγματικών συνθέτων υλικών. Για παράδειγμα, η πυκνότητα πακεταρίσματος των ινών, οι θερμικές παραμένουσες τάσεις, η πυκνότητα διασταυρώσεων του πολυμερούς και η μορφολογία των κρυσταλλιτών μπορεί να είναι πολύ διαφορετικές, οδηγώντας σε σημαντικές αλλαγές στις ιδιότητες της διεπιφάνειας [11].

Οι τεχνικές χαρακτηρισμού που χρησιμοποιούνται σε δέσμες ινών αρχικά αναπτύχθηκαν για σύνθετα με κεραμική και μεταλλική μήτρα. Χρησιμοποιούν τυποποιημένα σύνθετα υλικά και περιλαμβάνουν τη δοκιμή push-out [12], τη δοκιμή συμπίεσης κομματιού [13], και τη δοκιμή push-in [11,14]. Η εφαρμογή της δοκιμής συμπίεσης κομματιού για σύνθετα πολυμερικής μήτρας δε συνίσταται, ενώ η push-out χρειάζεται μια δύσκολη προετοιμασία μίας πολύ λεπτής μεμβράνης (~50 μm), οδηγώντας στο συμπέρασμα ότι η δοκιμή push-in είναι η καλύτερη εναλλακτική λύση. Επιπλέον, η καταγραφή φορτίου και μετατόπισης κατά τη διάρκεια της δοκιμής push-in μιας μεμονωμένης ίνας σε ένα σύνθετο εγκάρσιας τομής έχει απλοποιηθεί με τη βοήθεια ενός νανοδιεισδυτή επίπεδης ακίδας. Ωστόσο, η ερμηνεία των πειραματικών αποτελεσμάτων για τον προσδιορισμό των ιδιοτήτων της διεπιφάνειας δεν είναι μονοσήμαντη και απαιτεί ένα λεπτομερές μικρομηχανικό μοντέλο. Οι τυπικές προσεγγίσεις με βάση τις τεχνικές αυτές, δεν μπορούν να λάβουν υπόψη τους σημαντικούς παράγοντες όπως το τοπικό περιβάλλον (πακετάρισμα ινών) [14], τις ανισοτροπικές ελαστικές ιδιότητες των ινών άνθρακα και την επίδραση των παραμενουσών τάσεων κατά την επεξεργασία, καθώς και την τριβή ινών-μήτρας μετά την αποκόλληση στις ιδιότητες της διεπιφάνειας.

Ως αποτέλεσμα, οι πειραματικές τεχνικές που παρουσιάζονται παραπάνω μπορούν να εφαρμοστούν για τη μελέτη των ιδιοτήτων της διεπιφάνειας συνθέτων υλικών που περιέχουν ίνες με διαφορετικές επιφανειακές κατεργασίες, αλλά απαιτούνται πολύπλοκες μαθηματικές σχέσεις για την εξαγωγή τιμών για τις μηχανικές ιδιότητες της διεπιφάνειας (π.χ. αντοχή, δυσθραυστότητα). Το συμπέρασμα αυτό προκύπτει από την εξαιρετικά μεγάλη διασπορά των ιδιοτήτων της διεπιφάνειας των πανομοιότυπων



συνθέτων όταν μετρώνται με διαφορετικές τεχνικές και από το γεγονός ότι δεν υπάρχει κανένα αποδεκτό πρότυπο για τη μέτρηση των ιδιοτήτων της διεπιφάνειας στα σύνθετα υλικά [15].

### 2.1.1 Δοκιμή Push-in

Η δοκιμή push-in χρησιμοποιήθηκε αρχικά από τον Tse [16] και τον Mandell [17] για τον καθορισμό της αντοχής της διεπιφάνειας των συνθέτων ενισχυμένων με ίνες. Αργότερα πολλοί άλλοι ερευνητές, όπως ο Netravali και συνεργάτες [18] και οι Walson και Clyne [19], βελτίωσαν την τεχνική push-in, προκειμένου να αυξηθεί η ακρίβεια της προσδιοριζόμενης αντοχής της διεπιφάνειας. Την ίδια στιγμή, πραγματοποίησαν ανάλυση δοκιμών push-in με αριθμητικές προσεγγίσεις όπως FEM και BEM.

Κατά τη δοκιμή push-in εφαρμόζεται φορτίο στην ίνα με έναν επίπεδο νανοδισειδυτή έως ότου λάβει χώρα η θραύση της διεπιφάνειας (Σχήμα 2.1). Το εφαρμοζόμενο φορτίο  $P$  και η μετατόπιση της ίνας,  $u$ , παρακολουθούνται συνεχώς κατά τη διάρκεια της δοκιμής και η αντίστοιχη καμπύλη  $P$ - $u$  απεικονίζεται στο Σχήμα 2.1(b). Αυτή η καμπύλη παρουσιάζει ένα σχήμα «S», όπου η αρχική περιοχή αντιστοιχεί στην ζώνη ατελούς επαφής μεταξύ της ακίδας και της ίνας και ακολουθείται από μία γραμμική ζώνη (με ακαμψία  $S_0$ ) λόγω της ελαστικής παραμόρφωσης των ινών και της μήτρας, η οποία τελειώνει με την έναρξη της αστοχίας της διεπιφάνειας. Η αντοχή της διεπιφάνειας (IFSS) μπορεί να προσδιορίζεται από το κρίσιμο φορτίο  $P_c$  κατά την έναρξη της αστοχίας της διεπιφάνειας, δηλαδή της μη γραμμικότητας, μέσω του πρότυπου μοντέλου διάτμησης shear-lag model, σύμφωνα με:

$$\tau_c^{SL} = \frac{nP_c}{2\pi r^2} \quad (1)$$

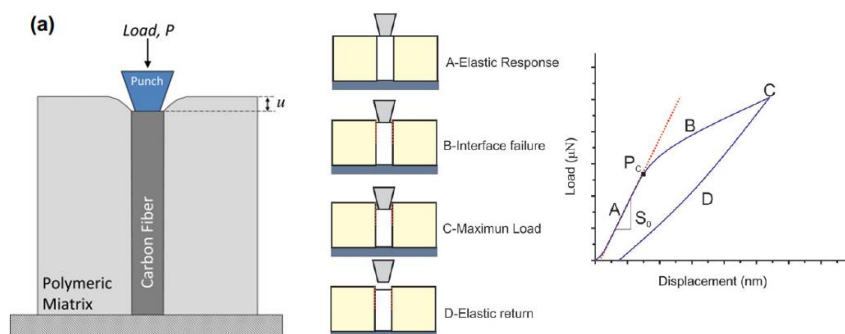
όπου  $r$  είναι η ακτίνα της ίνας και  $n$  είναι μία παράμετρος η οποία εξαρτάται από τις ελαστικές ιδιότητες των ινών και της μήτρας και το τοπικό κλάσμα όγκου των ινών, δηλαδή ο περιορισμός που επιβάλλεται από τις γειτονικές ίνες. Ακολουθώντας το μοντέλο διάτμησης, το  $n$  μπορεί να προσδιορισθεί από την κλίση της καμπύλης  $P$ - $u$  στη γραμμική περιοχή,  $S_0$ , σύμφωνα με:

$$n = \frac{S_0}{\pi r E_1^f} \quad (2)$$

όπου το  $E_1^f$  αντιπροσωπεύει το διαμήκες μέτρο ελαστικότητας των ινών. Η διεπιφανειακή αντοχή - ανάλογα με το μοντέλο διάτμησης - δίνεται από,

$$\tau_c^{SL} = \frac{S_0 P_c}{2\pi^2 r^3 E_1^f} \quad (3)$$

Ενώ αυτή η στρατηγική είναι ελκυστική για την απλότητά της, έχει αποδειχθεί ότι η περιοριστική επίδραση των γύρω ινών δεν λαμβάνεται υπόψη με ακρίβεια, οδηγώντας σε πολύ μεγάλα σφάλματα στην περίπτωση των σύνθετων υλικών με πολύ μεγάλο κλάσμα όγκου ινών.



**Σχήμα 2.1:** (a) Σχηματική απεικόνιση δοκιμής push-in σε ίνα και (b) αντιπροσωπευτική καμπύλη φορτίου-μετατόπισης ίνας [20].

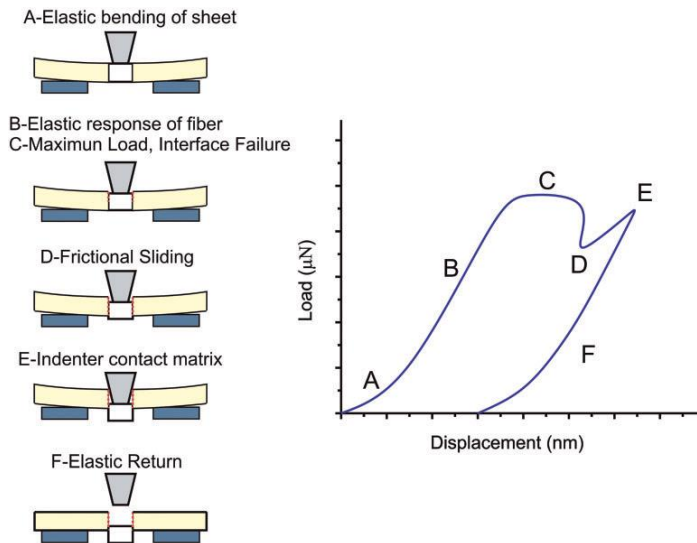
### 2.1.2 Δοκιμή Push-out

Στη δοκιμή push-out, μια επιμέρους ίνα από ένα λεπτό φύλλο συνθέτου δέχεται φορτίο μέχρι να επέλθει ολίσθηση της ίνας. Η δύναμη που ασκείται στην ίνα οδηγεί στην πλήρη θραύση της διεπιφάνειας ίνας / μήτρας, και η ίνα ωθείται έξω από το λεπτό φύλλο. Σε γενικές γραμμές, η καμπύλη δύναμης-μετατόπισης της δοκιμής push-out έχει τρεις περιοχές (**Σχήμα 2.2**). Η αρχική περιοχή αντιστοιχεί στην ελαστική κάμψη του φύλλου του συνθέτου μεταξύ των υποστηριγμάτων, ενώ η επόμενη περιοχή αντιστοιχεί στην ελαστική παραμόρφωση της ίνας με τη δράση του εντυπωτή. Η περιοχή αυτή τελειώνει απότομα με την θραύση της διεπιφάνειας και την ολίσθηση των ινών στο

φύλλο, οδηγώντας σε μέγιστο φορτίο. Η μέση διατμητική τάση στη διεπιφάνεια ίνας / μήτρας δίνεται από

$$\tau = \frac{P}{2\pi r e} \quad (4)$$

όπου  $P$  είναι το εφαρμοζόμενο φορτίο,  $r$  η ακτίνα της ίνας, και  $e$  το πάχος του φύλλου και η IFSS δίνεται από την εξίσωση αυτή μέσω του μέγιστου φορτίου στη δοκιμή push-out. [20]



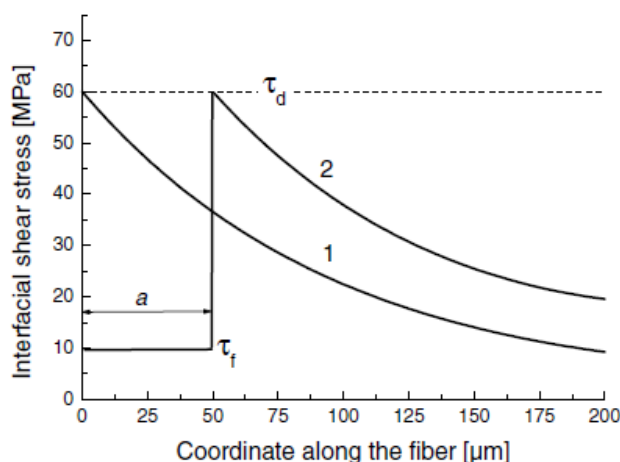
Σχήμα 2.2: Δοκιμή Push-out [20].

## 2.2 Θεωρητικά μοντέλα διεπιφανειακής αστοχίας στις μικρομηχανικές δοκιμές

Τα θεωρητικά μοντέλα διεπιφανειακής αστοχίας μπορούν να ταξινομηθούν σε δύο μεγάλες κατηγορίες, ανάλογα με τη βασική υπόθεση της κατάστασης για αποκόλληση (με επιπλέον παραλλαγές αντιπροσωπεύοντας ιδιαιτερότητες της διαδικασίας αποκόλλησης ιδίως των συστημάτων ίνας-μήτρας) [21].

### 2.2.1 Αποκόλληση ελεγχόμενης τάσης (Stress-controlled debonding)

Τα μοντέλα αποκόλλησης ελεγχόμενης τάσης είναι ιστορικά τα πρώτα, τα οποία έχουν αναπτυχθεί από πολλούς ερευνητές [22]. Σε αυτά τα μοντέλα, η τελική διεπιφανειακή διατμητική αντοχή,  $\tau_d$  (τοπική διατμητική τάση κοντά στο άκρο της ρωγμής, η οποία απαιτείται για την παραγωγή αποκόλλησης) υποτίθεται ότι είναι σταθερή κατά τη διάρκεια της δοκιμής (δηλαδή, ανεξάρτητη του μήκους της ρωγμής,  $a$ ). Αυτό απεικονίζεται στο **Σχήμα 2.3**, το οποίο δείχνει την κατανομή της διεπιφανειακής διατμητικής τάσης κατά μήκος της ενσωματωμένης ίνας. Η καμπύλη 1 αντιστοιχεί στη στιγμή της έναρξης της ρωγμής, όπου η διεπιφανειακή διατμητική τάση είναι  $\tau_d$  στο άκρο της ρωγμής ( $x = 0$ ) και μειώνεται κατά μήκος της ενσωματωμένης ίνας. Η καμπύλη 2 παρουσιάζει την κατανομή των διατμητικών τάσεων για ένα προχωρημένο στάδιο της αποκόλλησης (ρωγμή μήκους  $a = 50 \mu\text{m}$ ). Στην περιοχή αποκόλλησης ( $x < a$ ), η διατμητική τάση προσδιορίζεται με τη διεπιφανειακή τριβή και θεωρείται ότι είναι σταθερή. Στην άθικτη ζώνη, η διατμητική τάση μειώνεται από την ίδια τιμή  $\tau_d$ , με άλλα λόγια, η μέγιστη τιμή είναι σταθερή και δεν εξαρτάται από το μήκος της ρωγμής.



**Σχήμα 2.3:** Διεπιφανειακή κατανομή των διατμητικών τάσεων κατά μήκος του ενσωματωμένου μήκους: κατά τη στιγμή της έναρξης της ρωγμής (1) και σε προχωρημένο στάδιο αποκόλλησης όταν το μήκος ρωγμής είναι  $a = 50 \mu\text{m}$  (2) [22].

### 2.2.2 Αποκόλληση ελεγχόμενης ενέργειας (Energy-controlled debonding)

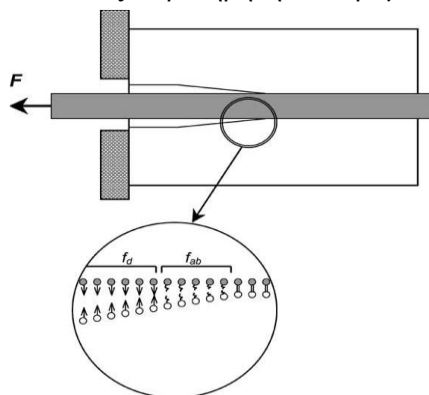
Τα μοντέλα αποκόλλησης ελεγχόμενης ενέργειας υποθέτουν ότι η ζώνη αποκόλλησης εκτείνεται όταν ο ρυθμός απελευθέρωσης της ενέργειας,  $G$ , φτάνει μια κρίσιμη τιμή,  $G_{ic}$ . Έτσι, το  $G_{ic}$  είναι η ειδική διεπιφανειακή παράμετρος σε αυτή την προσέγγιση, και  $G = G_{ic}$  κατά τη διάρκεια της δοκιμής. Οι Liu και Nairn [23] διαμόρφωσαν την εξίσωση  $G$  σε μια μορφή

$$G = g(\alpha, l_e, F, \Delta T, \text{άλλοι παράγοντες}),$$

όπου  $\Delta T$  είναι η διαφορά θερμοκρασίας μεταξύ της θερμοκρασίας δοκιμής και της θερμοκρασίας χωρίς τάσεις, και «άλλοι» παράγοντες περιλαμβάνουν τη διεπιφανειακή τριβή και τη γεωμετρία του δείγματος.

### 2.2.3 Πίεση πρόσφυσης (Adhesional pressure)

Ένα ενδιαφέρον μοντέλο της διεπιφανειακής αστοχίας σε δοκιμές microbond και pull-out και μια νέα διεπιφανειακή παράμετρος για το χαρακτηρισμό της πρόσφυσης, η πίεση πρόσφυσης ( $\sigma_{ult}$ ), προτάθηκε από τους Pisanova et al. [24]. Όπως παρατηρήθηκε πειραματικά, η έναρξη της ρωγμής σε αυτές τις

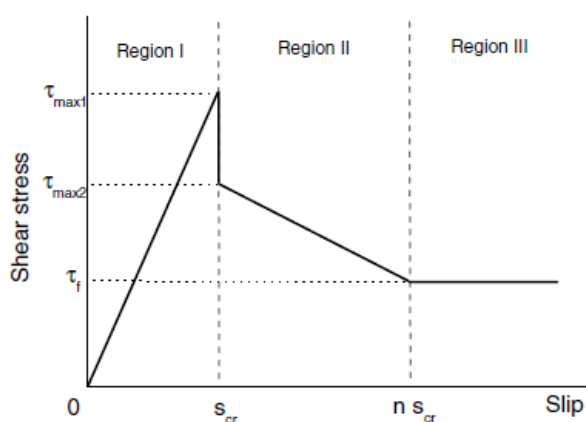


δοκιμές εμφανίζεται σε κανονική ένταση (Mode I). Στο Σχήμα 2.4 απεικονίζεται σχηματικά η διεπιφανειακή αστοχία σε μοριακό επίπεδο. Οι διαμοριακοί δεσμοί φορτίζονται στην κάθετη κατεύθυνση προς την επιφάνεια των ινών, λόγω των διαδοχικών διακοπών τους, η κορυφή της ρωγμής κινείται κατά μήκος της διεπιφάνειας.

**Σχήμα 2.4:** Απεικόνιση του ανοίγματος ρωγμής στη δοκιμή microbond κατά το μοριακό επίπεδο. Στην περιοχή  $f_d$ , δρουν μόνο διασπορά δυνάμεων (van der Waals), και στην περιοχή  $f_{ab}$  δρουν και διασπορά και αλληλεπιδράσεις οξέος-βάσεως [24].

## 2.2.4 Μοντέλα που συμπεριλαμβάνουν ατελείς διεπιφάνειες

Τα τρία μοντέλα που περιγράφονται παραπάνω έχουν αναπτυχθεί υπό την προϋπόθεση ότι η ίνα αποκολλάται από την μήτρα ως μια διεπιφανειακή ρωγμή που έχει ένα αιχμηρό άκρο, το οποίο διαδίδεται κατά μήκος των ορίων των ινών-μήτρας. Ωστόσο, παρατηρήθηκε ότι πολλά συστήματα πολυμερούς-ίνας αστοχούν υπό φορτίο με ένα πιο περίπλοκο τρόπο. Συγκεκριμένα, το μπροστινό μέρος της αποκόλλησης δεν εντοπίζεται συχνά σε ένα σημείο (το άκρο της ρωγμής), αλλά είναι μάλλον μια ασαφής περιοχή της οποίας το μήκος κατά μήκος της ίνας μπορεί να είναι έως αρκετών διαμέτρων ίνας. Εντός της περιοχής αυτής, διατηρείται μια μερική επαφή πρόσφυσης μεταξύ της ίνας και της μήτρας (ατελής διεπιφάνεια), και μετά λαμβάνει χώρα πλήρης αποκόλληση, πίσω από αυτή την ασαφή ζώνη. Η συμπεριφορά αυτή παρατηρήθηκε πειραματικά από τον Piggott [25] για σύστημα ίνας άνθρακα-εποξικής μήτρας. Ο Piggott πρότεινε μια ποιοτική περιγραφή του μηχανισμού αυτού του φαινομένου (πολλαπλές ρηγματώσεις της μήτρας αναπτύσσονται σε "hackle διάτμηση"), αλλά δεν προσπάθησε να αντλήσει κανένα ποσοτικό αποτέλεσμα. Ένα κατάλληλο μαθηματικό μοντέλο αναπτύχθηκε από τον Brameshuber et al. [26], το οποίο εφαρμόζεται σε τράβηγμα μονών ινών από μια μήτρα τσιμέντου. Αυτό το μοντέλο βασίζεται σε ένα νόμο πολυγραμμικού δεσμού που απεικονίζεται στο **Σχήμα 2.5**, όπου η διεπιφανειακή διατμητική τάση σχεδιάζεται ως συνάρτηση της ολίσθησης (σχετική μετατόπιση) μεταξύ της ίνας και της μήτρας.



**Σχήμα 2.5:** Νόμος πολυγραμμικού δεσμού που χρησιμοποιείται στο μοντέλο με δύο στάδια αποκόλλησης (ατελής διεπιφάνεια) [26].

Η περιοχή I αντιστοιχεί σε μια ακόμα άθικτη διεπιφάνεια, η περιοχή II περιγράφει τη μείωση της γραμμικής τάσης στη ζώνη "ατελούς διεπιφάνειας", και η περιοχή III (με σταθερά  $\tau$ ) αναφέρεται στην πλήρη αποκόλληση της διεπιφάνειας, η οποία μεταφέρει μόνο φορτίο τριβής. Οι συγγραφείς εισήγαγαν πέντε ανεξάρτητες διεπιφανειακές παραμέτρους οι οποίες μπορούν να χρησιμοποιηθούν για την προσομοίωση των καμπυλών δύναμης-μετατόπισης:  $\tau_{max1}$  (η μέγιστη δυνατή διατμητική τάση στις ελεύθερες περιοχές, ένα ανάλογο του  $\tau_d$ ),  $s_{crit}$  (η μέγιστη ολίσθηση στην περιοχή I),  $\tau_{max2}$  (η μέγιστη διατμητική τάση στην περιοχή II, που μπορεί να είναι ίση ή μικρότερη από την  $\tau_{max1}$ ),  $n$  (ο παράγοντας που καθορίζει τη μέγιστη ολίσθηση μέσα στην ατελή διεπιφάνεια, περιοχή II) και  $\tau_f$  (τάση τριβής στις περιοχές αποκόλλησης).

### 2.3 Αναλυτικές μέθοδοι μικρομηχανικής μοντελοποίησης των συνθέτων υλικών ενισχυμένων με ίνες

Η υποβάθμιση των σύνθετων υπό φόρτιση καθορίζεται από τη ρηγμάτωση στη μικροκλίμακα, την αποκόλληση και την παραμόρφωση. Υπό διαμήκης εφελκυστική (στατική) φόρτιση, το κύριο μέρος του φορτίου ξεκινά κυρίως από τις ίνες. Εάν το φορτίο υπερβεί κάποιο κρίσιμο επίπεδο, οι ίνες μπορεί να αστοχήσουν. Οι ρωγμές στις ίνες προκαλούν υψηλότερη συγκέντρωση τάσεων στη μήτρα, η οποία μπορεί να οδηγήσει στη ρηγμάτωση της. Αυτό το φαινόμενο μπορεί να παρατηρηθεί σε ενισχυμένα με ίνες σύνθετα υλικά με την ισχυρή διεπιφάνεια ίνας/μήτρας να υπόκειται σε εφελκυστική φόρτιση κατά μήκος των αξόνων των ινών. Εάν η διεπιφάνεια ήταν σχετικά ασθενής, οι μικρορωγμές θα μπορούσαν να σχηματιστούν στις διεπιφάνειες (αποκόλληση ίνας/μήτρας), οδηγώντας στο pull-out της ίνας και τη ρηγμάτωση της μήτρας, καθώς και στην ανάπτυξη της ρωγμής.

Υπό φόρτιση εκτός άξονα εφελκυσμού, είναι ενεργοί διάφοροι μηχανισμοί αστοχίας: αστοχία των ινών σε εφελκυσμό (ενεργή σε χαμηλές γωνίες μεταξύ της διεπιφάνειας και της εφαρμοζόμενης δύναμης), διάτμηση κατά μήκος της διεπιφάνειας, αποκόλληση της διεπιφάνειας σε εφελκυσμό και ρηγμάτωση της μήτρας (οι δύο τελευταίοι μηχανισμοί παρατηρούνται σε υψηλές γωνίες μεταξύ της διεπιφάνειας και της εφαρμοζόμενης δύναμης) [27].

### 2.3.1 Αναλυτικά μοντέλα βλαβών και αντοχή των συνθέτων υλικών ενισχυμένων με ίνες: εφελκυστική φόρτιση

Η αντοχή των ενισχυμένων με ίνες συνθέτων υλικών καθορίζεται από την ρωγμάτωση στη μικροκλίμακα, την αποκόλληση και την αλληλεπίδραση μεταξύ των στοιχείων και των φάσεων του σύνθετου. Προκειμένου να μοντελοποιηθούν αυτές οι διαδικασίες, έχουν αναπτυχθεί αρκετές αναλυτικές μέθοδοι, μεταξύ των οποίων, μπορούν να αναφερθούν τα μοντέλα διατμητικής υστέρησης (shear lag-based models), το μοντέλο δέσμης ινών (fiber bundle model) και οι γενικεύσεις του, τα μοντέλα θραυστομηχανικής (fracture mechanics) και συνεχούς μηχανικής βλάβης (continuum damage mechanics) [28].

Το μοντέλο διατμητικής υστέρησης (shear lag model), που αναπτύχθηκε από τον Cox [29] είναι μια από τις πιο συχνά χρησιμοποιούμενες προσεγγίσεις στην θεωρητική ανάλυση της αντοχής και της βλάβης των συνθέτων ενισχυμένων με ίνες. Σε αυτό το μοντέλο, η ισορροπία δύναμης στην ίνα θεωρείται με βάση την παραδοχή ότι η μεταφορά φορτίου από τις ίνες στη μήτρα λαμβάνει χώρα μόνο μέσω διατμητικών τάσεων. Τα μοντέλα που βασίζονται στην προσέγγιση της διατμητικής υστέρησης επιτρέπουν τη μελέτη της ανακατανομής των τάσεων από την αστοχία άθικτων ινών και την ανάλυση της κατανομής των τάσεων και τη συσσώρευση των βλαβών στα υλικά, λαμβάνοντας υπόψη τις πολλαπλές θραύσεις στις ίνες, τις ατέλειες της αποκόλλησης ινών / μήτρας και τη διεπιφανειακή τριβή ινών / μήτρας.

Στο μοντέλο δέσμης ινών (fiber bundle model), η εξέλιξη της βλάβης σε μια δέσμη ινών μετά από μία ή περισσότερες αστοχίες ινών μοντελοποιείται χρησιμοποιώντας στατιστικά μοντέλα της αντοχής ινών και διαφορετικούς κανόνες καταμερισμού του φορτίου. Πρόσφατα, προτάθηκε ένας αριθμός γενικεύσεων του κλασσικού μοντέλου δέσμης ινών, οι οποίες λαμβάνουν υπόψη τους ρόλους της μήτρας και των διεπιφανειών, τη μη γραμμική συμπεριφορά των ινών και της μήτρας και την πραγματική μικρομηχανική αστοχίας των σύνθετων [30].

Για την εκτός άξονα ή εγκάρσια φόρτιση, το πρόβλημα της σκλήρυνσης του υλικού με αυξημένες ρωγμές ινών είναι σημαντική. Στο ρωγματωμένο σύνθετο, η πρόσφυση ίνας / μήτρας (σύνδεση δια τριβής και χημική σύνδεση) καθορίζουν την αντίσταση θραύσης του σύνθετου. Η **κλασική μηχανική θραύσης** με βάση το μοντέλο της ρηγμάτωσης της μήτρας αναπτύχθηκε από τον Watson και συνεργάτες [31]. Ο Marshall και συνεργάτες [32] χρησιμοποίησαν την προσέγγιση της έντασης τάσης για τον προσδιορισμό της τάσης ρηγμάτωσης της μήτρας στα σύνθετα υλικά. Στην προσέγγιση αυτή, οι



ίνες αντιπροσωπεύονται από ελκτικές δυνάμεις που συνδέουν τις ίνες μέσω της ρωγμής. Ο Budiansky και συνεργάτες [33] εξέτασαν τη διάδοση των ρωγμών της σταθερής κατάστασης της μήτρας στα σύνθετα υλικά, και γενίκευσαν κάποια αποτελέσματα της θεωρίας Aveston-Cooper-Kelly, συμπεριλαμβανομένων των αποτελεσμάτων για τις αρχικές τάσεις της μήτρας, λαμβάνοντας υπόψη την ενέργεια τριβής και πιθανές αλλαγές της ενέργειας λόγω της επέκτασης ρωγμής.

Ένας αριθμός μοντέλων της υποβάθμισης των συνθέτων ενισχυμένων με ίνες βασίζονται στις μεθόδους της μηχανικής συνεχούς βλάβης (continuum damage mechanics-CDM) [34]. Στη μηχανική συνεχούς βλάβης, η επίδραση πολλών μικρορωγμών για τη συμπεριφορά του υλικού διαμορφώνεται ως ένας τανυστής που χαρακτηρίζει τις μειωμένες αποτελεσματικές περιοχές ενός υλικού. Τα πλεονεκτήματα της προσέγγισης CDM για την μοντελοποίηση των συνθέτων ενισχυμένων με ίνες περιλαμβάνουν απλά τους ορισμούς των μεταβλητών βλάβης στα μονής κατεύθυνσης υλικά, και, κατά συνέπεια, την απλότητα της εφαρμογής της.

Στο πλαίσιο της αναλυτικής μικρομηχανικής των υλικών, οι σχέσεις μεταξύ του περιεχομένου του όγκου των μέσων ενισχύσεως, του σχήματος και του προσανατολισμού τους και τις μηχανικές ιδιότητες των υλικών καθορίζονται με βάση τις μεταβολικές αρχές της μηχανικής των υλικών και άλλων μεθόδων μηχανικής συνεχούς μέσου. Αυτές οι σχέσεις επιτρέπουν να μελετηθεί η επίδραση του υλικού κατασκευής, η γεωμετρία ενίσχυσης και η κατανομή στις ελαστικές ιδιότητες των σύνθετων υλικών.

Σε γενικές γραμμές, τα αναλυτικά μοντέλα επιτρέπουν την ανάλυση της αλληλεπίδρασης μεταξύ των κύριων τρόπων βλάβης στα σύνθετα υλικά για την περίπτωση των απλών μικροδομών, των ελαστικών φάσεων και των απλών συνθηκών φόρτισης. Είναι δύσκολο να επεκτείνουν τις μεθόδους αυτές σε πολύπλοκες επιδράσεις, όπως υλικά μη γραμμικής συμπεριφοράς, εξελισσόμενες μικροδομές, κ.λπ. Παρόλα αυτά, αυτές οι μέθοδοι επιτρέπουν την ανάλυση των επιπτώσεων των συγκεκριμένων χαρακτηριστικών μικροδομής στην αντίσταση στη βλάβη των συνθέτων υλικών.

## BIBΛΙΟΓΡΑΦΙΑ

- [1] Gonzalez C. and LLorca J., Mechanical behavior of unidirectional fiber-reinforced polymers under transverse compression: microscopic mechanisms and modeling, *Compos Sci Technol* 67: 2795–2806(2007).
- [2] Totry E., Molina-Aldareguia J.M., Gonzalez C., et al., Effect of fiber, matrix and interface properties on the in-plane shear deformation of carbon-fiber reinforced composites, *Compos Sci Technol* 70: 970–980(2010).
- [3] Gorbatikh L., Lomov S.M. and Verpoest I., Nano-engineered composites: a multiscale approach for adding toughness to fibre reinforced composites, *Procedia Eng* 10: 3252–3258(2011).
- [4] Godara A., Mezzo L., Luizi F., et al., Influence of carbon nanotube reinforcement on the processing and the mechanical behaviour of carbon fiber/epoxy composites, *Carbon* 47: 2914–2923(2009).
- [5] Siegfried M., Tola C., Claes M., et al., Impact and residual after impact properties of carbon fiber/epoxy composites modified with carbon nanotubes, *Compos Struct* 111: 488–496(2014).
- [6] Jones F.R., A review of interphase formation and design in fibre-reinforced composites, *J Adhesion Sci Technol* 24: 171–202(2010).
- [7] Kelly A., Tyson W.R., Tensile properties of fibre-reinforced metals: copper/tungsten and copper/molybdenum, *J Mech Phys Solids* 13:329–38(1965).
- [8] Broutmari L.J., Measurement of the fiber–polymer matrix interfacial strength. *Interfaces in composites*, vol. 452. ASTM International, p. 27(1969).
- [9] Miller B., Muri P., Rebenfeld L., A microbond method for determination of the shear strength of a fiber/resin interface, *Compos Sci Technol* 28:17–32(1987).
- [10] Sockalingam S., Dey M., Gillespie J.W., et al., Finite element analysis of the microdroplet test method using cohesive zone model of the fiber/matrix interface, *Compos Part A56*: 239–247(2014).
- [11] Kharrat M., Chateauminois A., Carpentier L., Kapsa P., On the interfacial behaviour of a glass/epoxy composite during a micro-indentation test: assessment of interfacial shear strength using reduced indentation curves, *Compos A: Appl Sci Manuf* 28:39–46(1997).
- [12] Chandra N., Ghonem H., Interfacial mechanics of push-out tests: theory and experiments, *Compos A: Appl Sci Manuf* 32:575–84(2001).

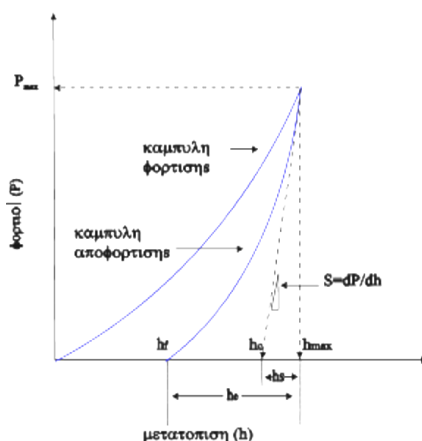
- [13] Hsueh C., Brandon D., Shafry N., Experimental and theoretical aspects of slice compression tests, *Mater Sci Eng A* 205:91–100(1996).
- [14] Molina-Aldareguva J.M., Rodriguez M., Gonzalez C., Lorca J., An experimental and numerical study of the influence of local effects on the application of the fibre push-in test, *Philos Mag* 91:1293–307(2011).
- [15] Zhou X.F., Wagner H.D., Nutt S.R., Interfacial properties of polymer composites measured by push-out and fragmentation tests, *Composites Part A* 32:1543–51(2001).
- [16] Tse M.K., Effect of interfacial strength on composite properties, *SAMPE J*, (1985)
- [17] Mandell J.F., Grande D.H., Tsiang T. et al., A modified microdebonding test for direct in-situ fiber matrix bond strength determination in fiber composites, in *Composite materials: Testing and Design*, ASTM STP 893, 87-108(1986).
- [18] Netravali A.N., Stone D., Ruoff S. et al., Continuous microindenter push through technique for measuring interfacial shear strength of fiber composites, *Comp. Sci. Tech.*, 34:289(1989).
- [19] Watson M.C., Clyne T.W., The tensioned push-out test for fiber-matrix interface characterization under mixed mode loading, *Mater. Sci. Eng.*, A160:1(1993).
- [20] Medina C., Molina-Aldareguia J., Gonzalez C., Melendrez M., Flores P., Lorca J., Comparison of push-in and push-out tests for measuring interfacial shear strength in nano-reinforced composite materials, *Journal of Composite Materials* 0(0) 1-9.
- [21] Zhandarov S., Mader E., Characterization of fiber/matrix interface strength: applicability of different tests, approaches and parameters, *Composites Science and Technology* 65 149-160(2005).
- [22] Gorbatkina Y.A., *Adhesive strength of fiber-polymer systems*, New York: Ellis Horwood(1992).
- [23] Liu C.H., Nairn J.A., Analytical fracture mechanics of the microbond test including the effects of friction and thermal stresses, *Int J Adhesion Adhesives* 19:59–70(1999).
- [24] Pisanova E., Zhandarov S., Mader E., How can adhesion be determined from micromechanical tests?, *Compos Part A* 32:425–34(2001).
- [25] Piggott MR., A new model for interface failure in fibre-reinforced polymers, *Compos Sci Technol* 55:269–76(1995).

- [26] Brameshuber W., Banholzer B., Analytical fracture mechanics of the microbond test including the effects of friction and thermal stresses, *Int J Adhesion Adhesives* 19:59–70(1999).
- [27] Leon Mishnaevsky Jr., Composite materials for wind energy applications: micromechanical modeling and future directions, *Comput Mech* 50:195–207(2012).
- [28] Mishnaevsky L.Jr., Computational mesomechanics of composites, Wiley, London(2007).
- [29] Cox H.L., The elasticity and strength of paper and other fibrous materials, *Br J Appl Phys* 3:73–79(1952).
- [30] Kun F., Zapperi S., Herrmann H.J., Damage in fiber bundle models, *Eur Phys J B* 17:269–279(2000).
- [31] Aveston J., Cooper G.A., Kelly A., Single and multiple fracture. In: *The properties of fibre composites*, IPC Science and Technology Press, Surrey, pp 15–26(1971).
- [32] Marshall D.B., Cox B.N., Evans A.G., The mechanics of matrix cracking in brittle-matrix fiber composites, *Acta Metall* 33:2013–2021(1985).
- [33] Budiansky B., Hutchinson J.W., Evans A.G., Matrix fracture in fiber-reinforced ceramics, *J Mech Phys Solids* 34(2):167–189(1986).
- [34] Burr A., Hild F., Leckie F., Continuum description of damage in ceramic-matrix composites, *Eur J Mech A* 16:53–78(1997).

### ΚΕΦΑΛΑΙΟ 3. Νανοδιείσδυση

Οι παραδοσιακές τεχνικές μέτρησης της σκληρότητας (Vickers, Knoop, Brinell και Rockwell) βασίζονται σε συγκεκριμένους κανόνες διεξαγωγής των μετρήσεων. Εκτός από την Rockwell όλες οι υπόλοιπες ορίζουν την σκληρότητα ως το λόγο φορτίου  $F$  που εφαρμόζεται προς την επιφάνεια του αποτυπώματος  $A$ . Η επιφάνεια του αποτυπώματος συνήθως υπολογίζεται μέσω οπτικής μικροσκοπίας, ενώ η τιμή της σκληρότητας που προκύπτει βασίζεται στο αποτύπωμα που προκύπτει. Παρόλο που η δύναμη μπορεί να μετρηθεί με καλή ακρίβεια το μειονέκτημα που προκύπτει έγκειται στο ποσοστό ακριβούς μέτρησης της επιφάνειας του αποτυπώματος.

Μια νέα τεχνική βασισμένη στην ανίχνευση του βάθους διείσδυσης του εντυπωτή (ή εγχαράκτη) αναπτύχθηκε προκειμένου να υπολογίζονται με μεγάλη ακρίβεια οι τιμές σκληρότητας και οι μηχανικές ιδιότητες υλικών, όπου ο υπολογισμός της επιφάνειας του αποτυπώματος είναι δύσκολος. Η νανοδιείσδυση ή νανοσκληρομέτρηση (nanoindentation) αποτελεί μία από τις πιο διαδεδομένες τεχνικές μέτρησης μηχανικών ιδιοτήτων νανοδομημένων υλικών. Η τεχνική αυτή στηρίζεται στη συνεχή εφαρμογή φορτίου στο δείγμα, μέσω ενός εγχαράκτη (indenter), με ταυτόχρονη καταγραφή της μετατόπισης που προκαλείται από αυτό. Από την ανάλυση των καμπύλων φορτίου-μετατόπισης μπορούν να προσδιοριστούν οι μηχανικές ιδιότητες, όπως είναι η σκληρότητα, το μέτρο ελαστικότητας και η ακαμψία [1-5].



Σχήμα 3.1: Καμπύλη φόρτισης-αποφόρτισης σε συμβατικό πείραμα νανοδιείσδυσης [2].

Στις καμπύλες φόρτισης - αποφόρτισης διακρίνονται τα πιο κάτω κρίσιμα μεγέθη:

$h_{max}$  : Μέγιστο βάθος διείδυσης της ακίδας του εντυπωτή

$P_{max}$  : Μέγιστο εφαρμοζόμενο φορτίο

$h_f$  : Τελικό παραμένον βάθος διείδυσης στο υλικό μετά την αποφόρτιση

$h_e$  : Βάθος επαφής υλικού και ακίδας διείδυσης μετά την αποφόρτιση

$h_e$  : Ελαστική μετατόπιση της επιφάνειας του δείγματος κατά την αποφόρτιση

$h_s$  : Ελαστική μετατόπιση της επιφάνειας του δείγματος χωρίς επαφή με την ακίδα

Η ακαμψία  $S$  (Stiffness) του υλικού υπολογίζεται από την σχέση:

$$S = \frac{dP}{dh} \quad (1)$$

δηλαδή από την κλίση του γραμμικού τμήματος της καμπύλης αποφόρτισης (Σχήμα 3.1). Η ακαμψία είναι η κρίσιμη ποσότητα, μέσω της οποίας υπολογίζεται τόσο το μέτρο της ελαστικότητας  $E$  όσο και η σκληρότητα  $H$  (Hardness) των υλικών η οποία δίνεται από την σχέση:

$$H = \frac{P_{max}}{A} \quad (2)$$

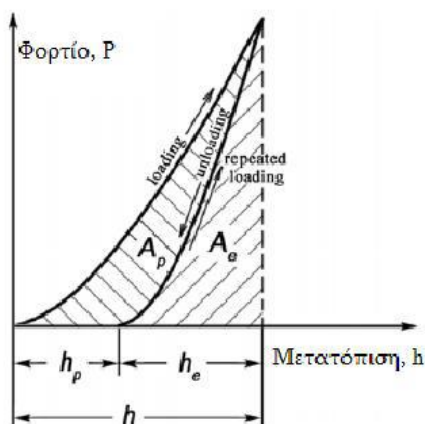
όπου,  $A$ : η επιφάνεια επαφής.

Η πλαστικότητα εκφράζεται από το εμβαδό που περικλείει η καμπύλη φόρτισης-αποφόρτισης και αντιπροσωπεύει το ποσό της ενέργειας που παραμένει στο προς μέτρηση υλικό μετά την διαδικασία της νανοδιείδυσης. Η πλαστικότητα σχετίζεται με το έργο που δαπανάται για την πλαστική παραμόρφωση σε σχέση με το συνολικό έργο που δαπανάται σε έναν κύκλο φόρτισης-αποφόρτισης (Σχήμα 3.2):

$$\delta_A = \frac{A_p}{A_t} = 1 - \frac{A_e}{A_t} \quad (3)$$

Η επιφάνεια που χρησιμοποιείται για τον προσδιορισμό της σκληρότητας υπολογίζεται από το βάθος επαφής. Παρόλα αυτά το πλεονέκτημα της μη άμεσης μέτρησης της επιφάνειας δημιουργεί νέα προβλήματα. Ο ευκολότερος τρόπος για να προσδιοριστεί η επιφάνεια είναι να υποτεθεί ότι η ακίδα του εντυπωτή έχει ιδανικό σχήμα και να υπολογιστεί από το μέγιστο βάθος διείδυσης βάση της ιδανικής γεωμετρίας. Όμως οι αποκλίσεις της ακίδας από την ιδανική γεωμετρία είναι σημαντικές και γίνονται σημαντικότερες με την μείωση του βάθους διείδυσης. Επιπλέον, η υπολογιζόμενη επιφάνεια επαφής, σε αντίθεση με τον παραδοσιακό ορισμό της σκληρότητας είναι

συνάρτηση τόσο των πλαστικών όσο και των ελαστικών ιδιοτήτων του υλικού, κάτι που πρέπει να ληφθεί υπόψη στην ανάλυση των δεδομένων.



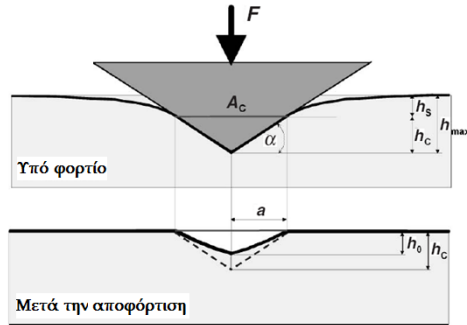
Σχήμα 3.2: Υπολογισμός του έργου πλαστικής και ελαστικής παραμόρφωσης [2].

Πλέον η πιο ευρέως χρησιμοποιούμενη μέθοδος προσδιορισμού της σκληρότητας και του μέτρου ελαστικότητας είναι αυτή που αναπτύχθηκε από τους Oliver και Pharr [6], οι οποίοι στηρίχθηκαν στις μελέτες των Doerner και Nix [8]. Η μέθοδος Oliver και Pharr έχει καθιερωθεί από το 1992 και ενσωματώθηκε στο πρότυπο ISO 14577:2002 για τις νανοδιεισδύσεις [7].

### 3.1 Μέθοδος Oliver-Pharr για εντυπωτές αξονικής συμμετρίας

#### 3.1.1 Πλήρως ελαστική θεώρηση

Στο Σχήμα 3.3 παρουσιάζεται η νανοδιείσδυση με κωνικό ή πυραμιδικό εγχαράκτη κατά την μέγιστη φόρτιση και στην συνέχεια την αποφόρτιση με βάση το μοντέλο Oliver-Pharr.



**Σχήμα 3.3:** Νανοδιείσδυση με κωνικό ή πυραμιδικό εντυπωτή κατά τη μέγιστη φόρτιση (πάνω) και μετά την αποφόρτιση (κάτω) με βάση το μοντέλο Oliver – Pharr [2].

Μέσω της μετατόπισης της επιφάνειας του δείγματος κατά την διείσδυση,  $h$ , μπορεί να υπολογιστεί η παραμόρφωση (deformation) του δείγματος. Για τον υπολογισμό της μέγιστης μετατόπισης της επιφάνειας του δείγματος,  $h_{\max}$ , πρέπει να συνυπολογιστεί και η παραμόρφωση του εντυπωτή. Θεωρώντας άκαμπτο εντυπωτή (rigid indenter), η μέγιστη μετατόπιση εξαρτάται από την ελαστική και την πλαστική μετατόπιση και προκύπτει από το άθροισμα τους. Για την επανάκτηση της συμβατότητας της παραδοσιακής σκληρότητας με αυτή που μετρήθηκε από το πείραμα νανοδιείσδυσης, πρέπει να προσδιοριστεί η επιφάνεια του αποτυπώματος μετά την αποφόρτιση. Για να γίνει αυτό θα πρέπει αρχικά να γίνουν κάποιες παραδοχές [1, 2, 3]:

- Η επιφάνεια επαφής υπό μέγιστη φόρτιση και η επιφάνεια αποτυπώματος μετά την αποφόρτιση είναι ίσες. Αυτό σημαίνει ότι δεν υπάρχει ελαστική αποκατάσταση στο επίπεδο επαφής ( $h_c = h_0$ ) και η διάμετρος του αποτυπώματος δεν αλλάζει με την αφαίρεση του φορτίου.
- Οι πλαστικές και ελαστικές παραμορφώσεις δεν επηρεάζονται μεταξύ τους. Η ελαστική παραμόρφωση είναι ίδια πάνω από την περιοχή επαφής ανεξαρτήτως πλαστικής παραμόρφωσης. Το μέτρο Young είναι το ίδιο για τις παραμορφωμένες και μη περιοχές του υλικού.
- Η τραχύτητα της επιφάνειας, τα φαινόμενα συσσώρευσης (pile-up effects) ή μη αναστρέψιμης (πλαστικής) βύθισης (sink-in effects) θεωρούνται αμελητέα.
- Ο εντυπωτής είναι άκαμπτος.



Με γνωστό το σχήμα της ακίδας του εντυπωτή, σύμφωνα με την πρώτη παραδοχή, η παραμένουσα επιφάνεια του αποτυπώματος μπορεί να υπολογιστεί από το βάθος διείσδυσης του εντυπωτή υπό μέγιστο φορτίο,  $h_c$ , με την προϋπόθεση ότι μπορούμε να υπολογίσουμε την παραμόρφωση πάνω από την περιοχή επαφής,  $h_s$  [3, 6, 8].

Ο Sneddon [9] χρησιμοποίησε τα μοντέλα των Hertz και Boussinesq για να εξαγάγει μία γενικευμένη σχέση μεταξύ του φορτίου  $P$  και της μετατόπισης  $h$  για άκαμπτο εντυπωτή με αξονική συμμετρία που ωθείται σε ένα ελαστικό υλικό προκειμένου να προσδιοριστεί το ποσοστό ελαστικής παραμόρφωσης τους υλικού. Ο μόνος περιορισμός που έθεσε ήταν ο εντυπωτής να περιγράφεται ως στερεό εκ περιστροφής μίας ομαλής συνάρτησης.

Βασική παραδοχή στη θεώρηση του Sneddon είναι ότι η περιοχή επαφής είναι αρκετά μικρή σε σχέση με τις διαστάσεις των υλικών, ώστε οι τάσεις που αναπτύσσονται στην περιοχή αυτή να μην εξαρτώνται ισχυρά από το ακριβές σχήμα των σωμάτων ή των τρόπο που στηρίζονται (elastic half-spaces). Σύμφωνα με τα παραπάνω προκύπτουν οι γενικευμένες σχέσεις του Sneddon για κύλινδρο ακτίνας  $a$  και κώνο γωνίας  $\varphi$  αντίστοιχα [9, 10]:

$$P = \frac{4\mu\alpha}{1-\nu} h \quad (4)$$

$$P = \frac{4\mu\cot\varphi}{\pi(1-\nu)} h^2 \quad (5)$$

όπου,  $\mu$ : το μέτρο διάτμησης (shear modulus)

$\nu$ : ο λόγος Poisson

Για τον προσδιορισμό του λόγου της ελαστικής παραμόρφωσης πάνω από την περιοχή επαφής προς τη συνολική ελαστική παραμόρφωση χρησιμοποιούνται οι αντίστοιχες αναλυτικές σχέσεις του Sneddon. Για κώνο [1, 6]:

$$w(r) = \left(\frac{\pi}{2} - \frac{r}{\alpha}\right) \alpha \tan \alpha, \quad r \leq \alpha \quad (6)$$

$$w(X) = \frac{-2h}{\pi\alpha} \left(\sin^{-1} \frac{a}{\rho} - r + \sqrt{r^2 - a^2}\right), \quad r > a \quad (7)$$

όπου,  $r$ : η αξονική θέση ( $r=0$  στο κέντρο επαφής)

$\alpha$ : η ακτίνα της επαφής

Από την πιο πάνω εξίσωση προκύπτει:

$$\frac{h_s}{h_{max,e}} = 1 - 2\pi \quad (8)$$

Άρα για ένα οποιοδήποτε στερεό εκ περιστροφής για το οποίο είναι γνωστές οι αναλυτικές σχέσεις από τη θεωρία ελαστικής επαφής και άρα ο λόγος  $h_s/h_{max,e}$ , το βάθος επαφής μπορεί να υπολογιστεί από την πιο κάτω σχέση λαμβάνοντας υπόψη ότι  $h_{max} = h_{max,e} + h_0$ :

$$h_c = h_{max,e} (1-X) + Xh_0 \quad (9)$$

Θεωρώντας ότι είναι γνωστή η συνάρτηση επαφής  $A_c = f(h_c)$ , η σκληρότητα υπολογίζεται από την σχέση:

$$H = \frac{P_{max}}{A_c} \quad (10)$$

Με προσαρμογή των δεδομένων της καμπύλης αποφόρτισης μπορεί να προσδιοριστεί η ακαμψία,  $S$  (stiffness). Η πρώτη παράγωγος  $dP / dh$  στο  $h_{max}$  καλείται ακαμψία της επαφής (contact stiffness,  $S$ ). Οι Oliver και Pharr έδειξαν ότι διαφορίζοντας τις αναλυτικές σχέσεις φορτίου-μετατόπισης του Sneddon για εντυπωτές με σχήμα στερεού εκ περιστροφής μπορεί να προσδιοριστεί το μέτρο ελαστικότητας, εάν είναι γνωστή η επιφάνεια επαφής μέσω της σχέσης [11]:

$$S = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \sqrt{A_c} \frac{E}{(1-\nu^2)} \quad (11)$$

Η εξαγωγή της πιο πάνω σχέσης βασίστηκε στην παραδοχή ότι ο εντυπωτής είναι άκαμπτος. Στην πραγματικότητα όμως, ο εντυπωτής παραμορφώνεται ελαστικά. Η ενσωμάτωση της παραμόρφωσης του εντυπωτή στο μοντέλο γίνεται με βάση τη γενική σχέση από τη θεωρία της ελαστικότητας, που δίνει το λόγο των παραμορφώσεων στην διεύθυνση εφαρμογής της δύναμης δύο σωμάτων αυθαίρετου σχήματος των οποίων η επιφάνεια επαφής είναι κάθετη στη διεύθυνση δύναμης [1]:

$$\frac{w_i}{w_s} = \frac{(1-\nu_i^2)E_s}{(1-\nu_s^2)E_i} \quad (12)$$

όπου,  $\nu$ : ο λόγος Poisson

$E$ : το μέτρο Young

$i, s$ : δείκτες για τον εντυπωτή και το δείγμα αντίστοιχα

Με βάση αυτή τη σχέση ορίζεται το σύνθετο μέτρο ελαστικότητας  $E_r$  (reduced modulus) [3, 4]:

$$\frac{1}{E_r} = \frac{(1-\nu_i^2)}{E_i} + \frac{(1-\nu_s^2)}{E_s} \quad (13)$$

και η εξίσωση 11 τροποποιείται αντίστοιχα [3,5]:

$$S = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \sqrt{A_c E_r} \quad (14)$$

Οι Oliver και Pharr πρότειναν τη χρησιμοποίηση του παράγοντα  $\varepsilon$  για τον προσδιορισμό του βάθους διείσδυσης. Συγκεκριμένα, παρατήρησαν ότι για εντυπωτές με σχέση φορτίου – μετατόπισης του τύπου  $P = ah^m$ , όπως κωνικοί ή κυλινδρικοί [6]:

$$\frac{P}{S} = \frac{P}{\left(\frac{dP}{dh}\right)} = \frac{ah^m}{amh^{m-1}} = \frac{h}{m} \quad (15)$$

Η σχέση 15 αφορά μόνο τις ελαστικές παραμορφώσεις άρα:

$$\frac{P_{max}}{S_{max}} = \frac{h_{max,e}}{m} \quad (16)$$

Ορίζοντας τον παράγοντα  $\varepsilon$  ως [6]:

$$\varepsilon = m \left( \frac{h_s}{h_{max,e}} \right) \quad (17)$$

προκύπτει η σχέση:

$$h_c = h_{max} - \varepsilon \frac{P_{max}}{S_{max}} \quad (18)$$

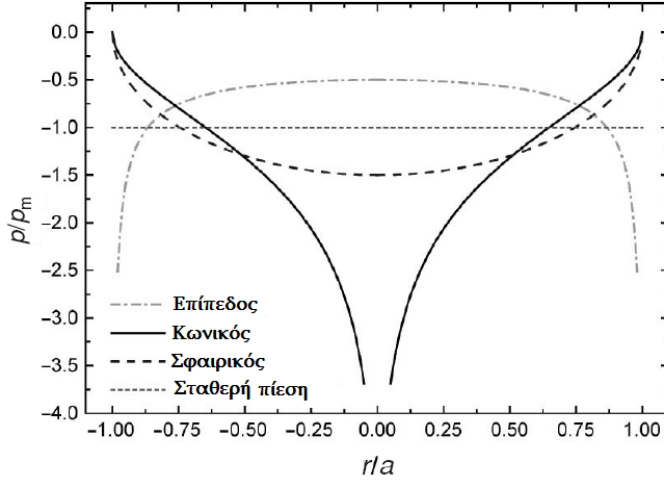
---

### 3.1.2 Ελαστοπλαστική Θεώρηση

Στο **Σχήμα 3.4** παρουσιάζεται η κατανομή της πίεσης στην περιοχή της επαφής για διάφορες γεωμετρίες εγχαρακτών. Για κωνικό εντυπωτή, προκύπτει ότι η πίεση στο κέντρο της επαφής γίνεται άπειρη. Το ίδιο ισχύει στα άκρα της επαφής για επίπεδο εντυπωτή. Τα υλικά δεν μπορούν να αντισταθούν σε τέτοια πίεση, και προκαλείται πλαστική ροή που μειώνει την

πίεση σημαντικά. Οι Oliver και Pharr έχουν δείξει ότι η καμπύλη αποφόρτισης για ελαστοπλαστικές διεισδύσεις μπορεί να περιγραφεί από μία συνάρτηση της μορφής [1, 6, 12]:

$$P = K(h - h_0)^m \quad (19)$$



**Σχήμα 3.4:** Κατανομή της πίεσης ( $p_m$ ) στην περιοχή της επαφής ακτίνας  $a$  για πλήρως ελαστική επαφή [12].

Για εντυπωτές γεωμετρίας Berkovich οι πειραματικές τιμές που βρέθηκαν για τον εκθέτη  $m$  είναι 1,2-1,6 ενώ η καλύτερη τιμή για τον παράγοντα  $\varepsilon$  ήταν 0,75 ( $m=1,5$ ). Ο εκθέτης  $m$  αντιστοιχεί σε σφαιρικό εντυπωτή και όχι σε πυραμιδικό ( $m=2$ ). Ο λόγος είναι η αλλαγή της κατανομής της πίεσης λόγω της πλαστικής παραμόρφωσης. Παρότι χρησιμοποιήθηκε πυραμιδικός εντυπωτής, η κατανομή της πίεσης προσεγγίζει αυτή ενός σφαιρικού εντυπωτή. Συνεπώς η ελαστοπλαστική θεώρηση απαιτεί τροποποίηση του παράγοντα  $\varepsilon$  για τον υπολογισμό του πραγματικού βάθους επαφής από την εξίσωση 18. Το πρότυπο ISO 14577 προτείνει τιμή 0,75 για διεισδύσεις σε Vickers και Berkovich, όμως αυτή είναι μία προσέγγιση και ανάλογα με το υλικό οι αποκλίσεις μπορεί να είναι σημαντικές. Οι Woigard και συνεργάτες πρότειναν μία συνάρτηση υπολογισμού του  $\varepsilon$  που εξαρτάται μόνο από τον εκθέτη της πιο κάτω σχέσης [14, 15]:

$$\varepsilon(m) = m \left[ 1 - \frac{2(m-1)\Gamma\left(\frac{m}{2(m-1)}\right)}{\sqrt{\pi}\Gamma\left(\frac{1}{2(m-1)}\right)} \right] \quad (20)$$

### 3.2 Μέθοδος Oliver-Pharr για εντυπωτές μη αξονικής συμμετρίας

Στα πειράματα νανοδιείσδυσης συνήθως χρησιμοποιούνται εντυπωτές μη αξονικής συμμετρίας. Ενώ αρχικά χρησιμοποιήθηκε πολύ ο εγχαράκτης τύπου Vickers (τετραγωνική πυραμίδα), πλέον επικρατεί η χρήση εντυπωτή τύπου Berkovich (τριγωνική πυραμίδα) λόγω της μεγαλύτερης ευκολίας κατασκευής της αιχμηρής ακίδας. Επιπλέον, η Berkovich έχει τον ίδιο λόγο επιφάνειας προς βάθος διείσδυσης με τη Vickers καθιστώντας έτσι τα αποτελέσματα συγκρίσιμα με αυτά της Vickers [1-5].

Η ισχύς της μεθόδου Oliver-Pharr για εντυπωτές μη αξονικής συμμετρίας δεν έχει αποδειχθεί μαθηματικά. Παρόλα αυτά έχουν γίνει αρκετές προσπάθειες προσαρμογής της μέσω κλασσικών μεθόδων αριθμητικής ανάλυσης και πιο πρόσφατα πεπερασμένων στοιχείων (FEM), για πλήρως ελαστική επαφή. Από τις πρώτες και πιο γνωστές μελέτες, ήταν αυτή του King, ο οποίος κατέληξε μέσω αριθμητικής ανάλυσης στην προσαρμογή της σχέσης 14 μέσω μίας σταθεράς  $\beta$  εξαρτώμενης από τη γεωμετρία του εντυπωτή [16]:

$$S = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \beta \sqrt{A_c} E_r \quad (21)$$

όπου,  $\beta = 1.000$  για κυκλική επιφάνεια επαφής

$\beta = 1.034$  για τριγωνική επιφάνεια επαφής

$\beta = 1.012$  για τετραγωνική επιφάνεια επαφής

Ο Bilodaev [17] με την σειρά του, χρησιμοποιώντας μία παρόμοια ανάλυση βρήκε μία προσεγγιστική λύση για πυραμιδικούς εντυπωτές. Οι Vlassak και Nix [18] ακολουθώντας μία παρόμοια μέθοδο με αυτήν του King, αλλά με ανισοτροπική θεώρηση του δείγματος, βρήκαν ότι το μέτρο ελαστικότητας που υπολογίζεται με τριγωνικό εντυπωτή είναι 5-6 % υψηλότερο από το αντίστοιχο για εντυπωτές με αξονική συμμετρία και μεταβάλλεται ελάχιστα με τον προσανατολισμό του εγχαράκτη στο επίπεδο διείσδυσης. Ο Giannakopoulos και συνεργάτες [19] σύγκριναν τα αποτελέσματα για την ακαμψία μέσω μίας πολύ ακριβούς FE ανάλυσης για Berkovich με αυτά της εξίσωσης 20 του King και βρήκαν ότι η απόκλιση κυμαίνεται μέχρι 5%. Οι Gao και Wu [20] απέδειξαν ότι η ακαμψία επαφής ενός στρωματικού υλικού δεν εξαρτάται ισχυρά από το σχήμα της κάθετης τομής του εντυπωτή, εάν αυτό δεν αποκλίνει από κύκλο. Ο Hendrix [21] έχει προσδιορίσει την τιμή του

β θεωρώντας σταθερό προφίλ πίεσης επαφής για τριγωνική και τετραγωνική επαφή.

**Πίνακας 3.1:** Τιμές του διορθωτικού παράγοντα μη αξονικής συμμετρίας για τριγωνικό σχήμα κάθετης τομής εντυπωτή [16-22].

<b>Μέθοδος</b>	<b>Τιμή β</b>	<b>Εντυπωτές</b>
Αναλυτικά, Ελαστική θεώρηση	1,0340	Flat Punch (επίπεδος)
FEM, Ελαστοπλαστική θεώρηση	1,0550	Πυραμιδικός (Berkovich)
FEM, Ελαστοπλαστική θεώρηση	1,1360	Πυραμιδικός (Berkovich)
Αναλυτικά, Ελαστική θεώρηση	1,1410	Πυραμιδικός
Αναλυτικά, Ελαστική Ανισοτροπική θεώρηση	1,0580	Flat Punch (επίπεδος)
Σταθερή πίεση στην περιοχή επαφής	1,0226	-

Όπως φαίνεται από τον πίνακα, η μικρότερη διόρθωση προκύπτει από τη θεώρηση σταθερής πίεσης του Hendrix. Όπως, προαναφέρθηκε οι άπειρες πιέσεις στην ακίδα θα μειωθούν από την πλαστική παραμόρφωση, άρα αυτή είναι η πιθανότερη κατανομή της πίεσης. Για αυτό το λόγο, στο πρότυπο ISO 14577 προτείνεται να μη χρησιμοποιείται διόρθωση για Berkovich εντυπωτές ( $\beta=1$ ). Στην πραγματικότητα, είναι πιθανές οι αποκλίσεις από την τιμή 1 για υλικά υψηλής ελαστικότητας με μικρή πλαστική ζώνη όμως το σφάλμα που υπεισέρχεται είναι μικρότερο του 5% [22].

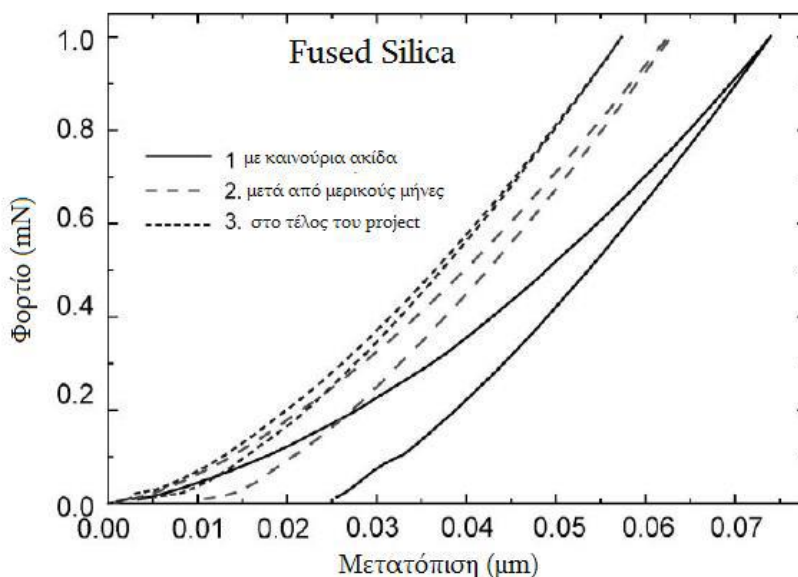
### 3.3 Διορθώσεις-Βελτιώσεις της μεθόδου Oliver-Pharr

#### 3.3.1 Επιφάνεια επαφής-Καμπυλότητα ακίδας

Για τον υπολογισμό τιμών των νανομηχανικών ιδιοτήτων με το μοντέλο Oliver-Pharr είναι σημαντικός ο υπολογισμός της ακριβούς τιμής της

επιφάνειας επαφής της ακίδας με το προς εξέταση υλικό. Ιδανικά, η επιφάνεια επαφής υπολογίζεται μέσω των γεωμετρικών σχέσεων που ισχύουν για κάθε σχήμα εντυπωτή. Παρόλα αυτά κανένας εντυπωτής δεν μπορεί να παρασκευαστεί με ιδανικό αιχμηρό άκρο. Οι περισσότεροι εντυπωτές διαθέτουν καμπυλότητα ακίδας 50 nm έως και μερικές εκατοντάδες nm. Το πρότυπο ISO 14577 θέτει τα 200 nm ως άνω όριο για μετρήσεις στη νανοκλίμακα. Η καμπυλότητα της ακίδας αυξάνεται κατά τη χρήση του εντυπωτή λόγω φθοράς.

Υπάρχουν δύο βασικές κατηγορίες μεθόδων υπολογισμού της συνάρτησης της επιφάνειας: α) Άμεση μέτρηση μέσω AFM και β) έμμεση μέτρηση υπολογίζοντας τη συνάρτηση  $A_c = f(h_c)$  μέσω διεισδύσεων σε ιστροπικό υλικό γνωστού μέτρου ελαστικότητας. Στην παρούσα διπλωματική εργασία εφαρμόστηκε η δεύτερη μέθοδος και συγκεκριμένα αυτή των Oliver και Pharr. Πρόσφατα, προτάθηκε από τον Oliver και βελτιώθηκε από τους Troyon και συνεργάτες μια εναλλακτική μέθοδος υπολογισμού του μέτρου ελαστικότητας που δεν απαιτεί τον υπολογισμό της επιφάνειας επαφής. Η μέθοδος αυτή βασίζεται στην ακαμψία τόσο από την καμπύλη φόρτισης όσο και από την καμπύλη αποφόρτισης (two-slope method) [1, 6, 23, 24].



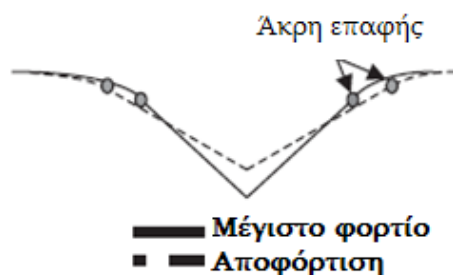
Σχήμα 3.5: Επίδραση της φθοράς (αύξηση της καμπυλότητας) της ακίδας του εγχαράκτη [24].

Η καμπυλότητα της ακίδας έχει συσχετιστεί με τη μετάβαση από την πλήρως ελαστική στην ελαστοπλαστική συμπεριφορά. Όσο πιο αιχμηρή είναι η άκρη

της ακίδας τόσο πιο γρήγορα, σε μικρότερα φορτία, θα εμφανιστεί η μετάβαση. Το φαινόμενο αποδίδεται στη μεγαλύτερη συγκέντρωση τάσεων, η οποία ευνοεί την έναρξη της πλαστικής παραμόρφωσης [5, 25].

### 3.3.2 Ακτινική παραμόρφωση

Η διάμετρος επαφής θεωρείται προσεγγιστικά ότι δεν αλλάζει μετά την αποφόρτιση. Αυτή η προσέγγιση είναι αρκετά ακριβής για μαλακά υλικά. Για υλικά με μεγάλο μέτρο ελαστικότητας η ελαστική επαναφορά μπορεί να συνοδεύεται από σημαντική αλλαγή στην ακτίνα επαφής (Σχήμα 3.6).



Σχήμα 3.6: Μεταβολή της επιφάνειας επαφής μετά την αποφόρτιση [2].

Για εντυπωτές με αξονική συμμετρία η ακτινική παραμόρφωση μπορεί να υπολογιστεί αναλυτικά με βάση τις σχέσεις από τη θεωρία ελαστικότητας. Οι Bolshakov και συνεργάτες [26] έδειξαν ότι χρειάζεται μια διόρθωση στην εξίσωση 18, καθώς το σχήμα της επιφάνειας επαφής σε κάθετη τομή ως προς την επιφάνεια του δείγματος δεν είναι γραμμικό, αλλά τοξοειδές. Το φαινόμενο αυτό είναι πιο έντονο για αιχμηρούς εντυπωτές και εξαρτάται από τον λόγο Poisson του υλικού. Οι Hay και συνεργάτες [27] πρότειναν ένα διορθωτικό παράγοντα  $\gamma$  για την εξίσωση 17 που είναι συνάρτηση της γωνίας του κεντρικού άξονα και του λόγου Poisson του υλικού. Ωστόσο ο λόγος Poisson στις περισσότερες περιπτώσεις νανοδιεισδύσεων δεν είναι γνωστός εκ των προτέρων ή αν είναι, η ακρίβεια του είναι αμφίβολη. Για να ισχύει η διόρθωση αυτή ο παράγοντας  $\gamma$  θα πρέπει να ληφθεί υπόψη κατά τον προσδιορισμό της συνάρτησης  $A_c = f(h_c)$  (area function method). Σε περίπτωση που δεν εφαρμόζεται η διόρθωση το μέγεθος του σφάλματος θα εξαρτάται από τη διαφορά του λόγου Poisson του μετρούμενου δείγματος και

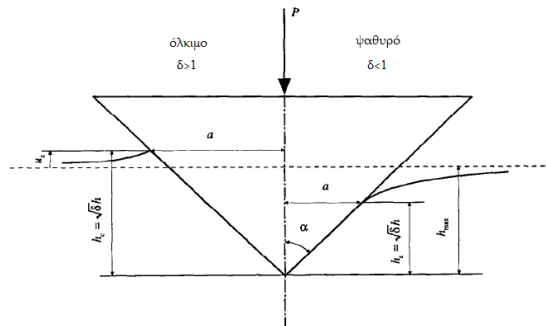


του προτύπου υλικού που χρησιμοποιείται για τον υπολογισμό της συνάρτησης επιφάνειας επαφής [1, 3, 26, 27].

### 3.3.3 Φαινόμενο συσσώρευσης (Pile-up Effects)

Στη μέθοδο Oliver–Pharr για τον προσδιορισμό του βάθους επαφής συνυπολογίζεται η ελαστική βύθιση της επιφάνειας γύρω από την περιοχή επαφής (sink-in), αλλά το αντίθετο φαινόμενο, δηλαδή η συσσώρευση υλικού (pile-up) δεν λαμβάνεται υπόψη. Όπως φαίνεται από το **Σχήμα 3.7**, στην περίπτωση της συσσώρευσης υλικού, το βάθος επαφής είναι μεγαλύτερο από το μέγιστο βάθος που μετράται, οδηγώντας σε σημαντικά σφάλματα στον υπολογισμό των μηχανικών ιδιοτήτων. Οι Marx και Balke [28] περιέγραψαν το φαινόμενο φορμαλιστικά με τον παράγοντα  $\delta$ :

$$h_c = \sqrt{\delta} h_{max}, \quad \delta < 1: \text{sink-in}, \quad \delta > 1: \text{pile-up} \quad (22)$$



**Σχήμα 3.7:** Επίδραση των φαινομένων βύθισης και συσσώρευσης στο βάθος επαφής [28].

Το φαινόμενο της συσσώρευσης αναμένεται να είναι σημαντικό σε μαλακά, όλκιμα υλικά. Σε σκληρά, ψαθυρά υλικά η βύθιση είναι η επικρατούσα συμπεριφορά. Πρόσφατα οι Oliver και Pharr μελέτησαν την αξιοπιστία της μεθόδου τους σε σχέση με τα φαινόμενα συσσώρευσης, χρησιμοποιώντας ως κριτήριο το λόγο  $h_f / h_{macro}$ . Βρήκαν ότι η μέθοδος προβλέπει με πολύ ακρίβεια τις ιδιότητες για υλικά με  $h_f / h_{macro} < 0.7$  και για υλικά που ενδοτραχύνονται κατά την νανοδιείσδυση. Για μεγαλύτερες τιμές του λόγου τα φαινόμενα συσσώρευσης γίνονται σημαντικά και η ακρίβεια μειώνεται. Ειδικά για νανοδιείσδυσεις με Berkovich, ο Larsson [19] μέσω υπολογισμών FE βρήκε

ότι η παραμόρφωση που προκαλείται τείνει να δίνει συσσωρεύσεις στα μέσα των πλευρών και βυθίσεις στις γωνίες, οπότε αλληλοαναιρούνται συνολικά [29, 30].

## **ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ**

- [1] Chudoba T., Measurement of Hardness and Young's Modulus by Nanoindentation, in Book Nanostructured Coatings, Albano Cavaleiro and Jeff Th. M. De Hosson (Editors), Springer, New York, pp.216-260(2006).
- [2] Χαριτίδης Κ.Α., Νανοδομές και Νανοϋλικά: Σύνθεση, Ιδιότητες και Εφαρμογές, Εκδόσεις ΕΜΠ, Αθήνα, σσ.107-142(2007).
- [3] Bhushan B. (Ed.), Nanotribology and Nanomechanics: An Introduction, Springer, Berlin,(2005).
- [4] Hay J.L. and Pharr G.M., Instrumented Indentation Testing, in Metals Handbook, Vol. 8: Mechanical Testing and Evaluation.
- [5] Poon B., A Critical Appraisal of Nanoindentation with Application to Elastic-Plastic and Soft Materials, PhD Thesis, California Institute of Technology, California,(2009).
- [6] Oliver W. C. and Pharr G. M., An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments, Journal of Materials Research, Vol.7, pp.1564–1583(1992).
- [7] Koumoulos E. P., Charitidis C. A., Daniolos N. M., Pantelis D. I., Determination of onset of plasticity (yielding) and comparison of local mechanical properties of friction stir welded aluminum alloys using the micro- and nano-indentation techniques.
- [8] Doerner M. F. and Nix W. D., A method for interpreting the data from depth sensing indentation instruments, Journal of Materials Research, Vol.1, pp. 601–609(1986).
- [9] Sneddon I.N., The Relation between Load and Penetration in the Axisymmetric Boussinesq Problem for a Punch of Arbitrary Profile, International Journal of Engineering Science, Vol.3, 1965, pp. 47-57.
- [10] Johnson K.L., Contact Mechanics, Cambridge University Press, Cambridge, pp. 11-104(1985).
- [11] Pharr G. M., Oliver W. C., and Brotzen F. R., On the generality of the relationship between contact stiffness, contact area, and elastic modulus during indentation, Journal of Materials Research, Vol.7, pp. 613–618(1992).

- [12] Bolshakov A., Oliver W.C., Pharr G.M., An explanation for the shape of nanoindentation unloading curves based on finite element simulation, Fall meeting of the Materials Research Society (MRS), Boston, MA (United States), 28 Nov - 9 Dec 1.
- [13] Bhattacharya A. K. and Nix W. D., Finite element analysis of cone indentation, *International Journal of Solids Structure*, Vol.27, pp. 1047–1058(1991).
- [14] Woiregard J., Dargenton J.-C., An alternative method for penetration depth determination in nanoindentation measurements, *Journal of Materials Research*, Vol.12, pp.2455-2458(1996).
- [15] Martin M., Troyon M., Fundamental relations used in nanoindentation: Critical examination based on experimental measurements, *Journal of Materials Research*, Vol.17, p.2227(2002).
- [16] King R. B., Elastic analysis of some punch problems for a layered medium, *International Journal of Solids Structure*, Vol.23, No 12, pp.1657–1664(1987).
- [17] Bilodeau G. G., Regular pyramid punch problem, *Journal of Applied Mechanics*, Vol.59, pp. 519–523(1992).
- [18] Vlassak J.J. and Nix W.D., Measuring the Elastic Properties of Anisotropic Materials by Means of Indentation Experiments, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, Vol.42, p. 1223(1994).
- [19] Giannakopoulos A.E., Larsson P.L., Soderlund E., et al., Analysis of Berkovich Indentation, *International Journal of Solids Structure*, Vol.33, pp.221-248(1996).
- [20] Gao H. and Wu T.W., A note on the elastic contact stiffness of a layered medium, *Journal of Materials Research*, Vol.8, pp. 3229–3233(1993).
- [21] Hendrix M. T., The use of shape correction factors for elastic indentation measurements, *Journal of Materials Research*, Vol.10, pp. 255–258(1995).
- [22] Strader J.H. et al., An experimental evaluation of the constant relating the contact stiffness to the contact area in nanoindentation, *Philosophical Magazine*, Vol.86, No.33, pp.5285-5298.
- [23] Oliver W.C., Alternative Technique for Analyzing Instrumented Indentation Data, *Journal of Materials Research*, Vol.16, p.3202(2001).
- [24] Gong J., Miao H., Peng Z., Analysis of the nanoindentation data measured with a Berkovich indenter for brittle materials: effect of the residual contact stress, *Acta Materialia*, Vol.52, pp.785-793(2004).

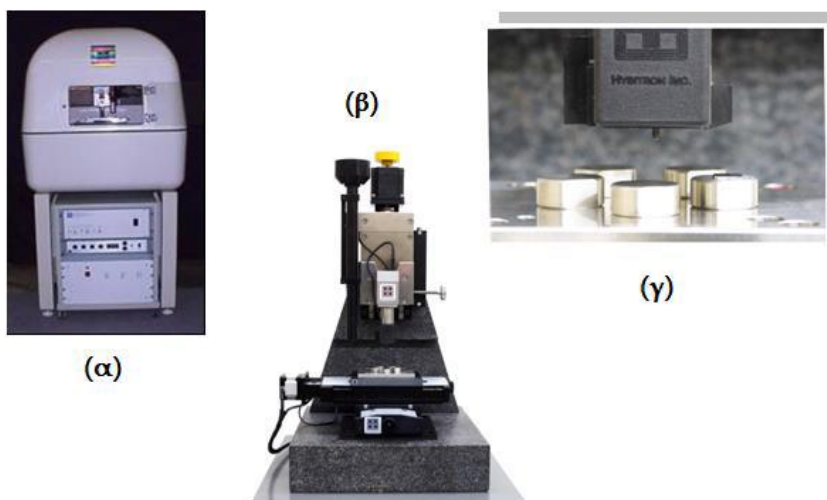
- [25] Tsui T.Y., Oliver W.C, Pharr G.M., Indenter geometry effects on the measurements of mechanical properties by nanoindentation with sharp indenters, Materials Research Society (MRS) Symposium Proceedings, San Francisco, CA (United States), p.147(1997).
- [26] Bolshakov A., Oliver W.C., Pharr G.M., Inaccuracies in Sneddon's solution for elastic indentation by a rigid cone and their implications for nanoindentation data analysis, Spring meeting of the Materials Research Society (MRS), San Francisco, CA (United States)(1996).
- [27] Hay J.C. and Pharr G.M., Critical issues in measuring the mechanical properties of hard films on soft substrates by nanoindentation techniques, Fall meeting of the Materials Research Society, Boston, MA (United States)(1997).
- [28] Marx V. and Balke H., A Critical Investigation of the Unloading Behavior of Sharp Indentation, Acta Metallurgica, Vol.45, No.9, pp.3791-3800(1997).
- [29] Δραγατογιάννης Δημήτριος, Μεταπτυχιακή εργασία ΕΜΠ, Μελέτη παραμενουσών τάσεων και χρονοεξαρτημένων μηχανικών ιδιοτήτων κραμαάτων αλουμινίου, (2012).
- [30] Charitidis, C. A., Dragatogiannis, D. A., Koumoulos, E. P., & Kartsonakis, I. A., Residual stress and deformation mechanism of friction stir welded aluminum alloys by nanoindentation. Materials Science and Engineering: A,540, 226-234 (2012).

## ΚΕΦΑΛΑΙΟ 4. Μελέτη αστοχίας διεπιφάνειας ίνας άνθρακα/εποξικής ρητίνης με την τεχνική της νανοδιείσδυσης

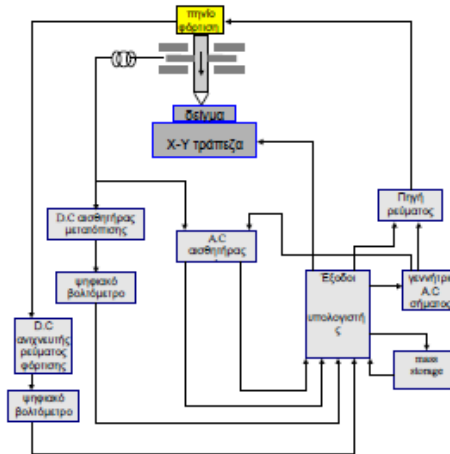
### 4.1 Πειραματική Διάταξη

Η διάταξη TriboLab® της Hysitron αποτελεί ένα σύγχρονο όργανο εκτέλεσης πειραμάτων διείσδυσης και εγχάραξης. Βασικά χαρακτηριστικά του είναι η υψηλή διακριτική του ικανότητα στη μετατόπιση της ακίδας του εγχαράκτη (0.04 nm), ενώ το μέγιστο βάθος διείσδυσης είναι 3  $\mu\text{m}$ , και στο εφαρμοζόμενο φορτίο (1 nN) με μέγιστη τιμή φορτίου 35 mN.

Τα δείγματα τοποθετούνται σε ειδικές θέσεις (Σχήμα 4.1) πάνω στην X-Y τράπεζα, η κίνηση της οποίας ελέγχεται από υπολογιστή. Μετακινώντας το δειγματοφορέα φέρεται η στήλη, στην οποία στηρίζεται ο εγχαράκτης (εντυπωτής), επάνω από το δείγμα, εποπτεύεται η επιφάνεια του υλικού με μικροσκοπία σάρωσης (Scanning Probe Microscopy – SPM, scan size 10-20  $\mu\text{m}$ , scan rate 1-2 Hz) και επιλέγονται οι θέσεις στις οποίες πραγματοποιείται η διείσδυση.



Σχήμα 4.1: Διάταξη νανοδιείσδυσης (α) εξωτερικά, (β) εσωτερικά και (γ) ο δειγματοφορέας της διάταξης.

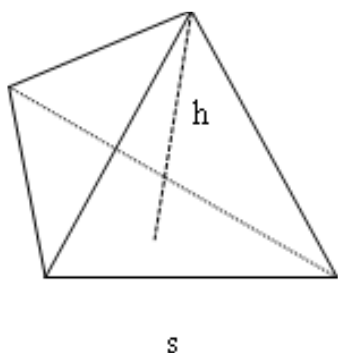


Σχήμα 4.2: Διάγραμμα του συστήματος εγχάραξης.

Η κίνηση του εγχαράκτη ελέγχεται από πηνίο, το οποίο ενεργοποιείται μέσω μεταβλητής πηγής ρεύματος. Όταν η ακίδα εγχάραξης έρθει πάνω από την προεπιλεγμένη περιοχή του δείγματος, τότε εφαρμόζεται φορτίο στην ακίδα, το οποίο μεταβάλλεται σύμφωνα με το ρεύμα φόρτισης του πηνίου, ακολουθώντας τις προεπιλεγμένες συνθήκες εκτέλεσης του πειράματος. Το βάθος διείδυσης της ακίδας εγχάραξης προσδιορίζεται από χωρητικό αισθητήρα μετατόπισης, η έξοδος του οποίου συνδέεται με αισθητήρα μετατόπισης, ο οποίος ψηφιοποιεί το σήμα μετατόπισης, και το οδηγεί σε ψηφιακό βολτόμετρο συνδεδεμένο με τον υπολογιστή.

Το φορτίο που εφαρμόζεται στην ακίδα εγχάραξης καταγράφεται από ανιχνευτή ρεύματος, ο οποίος «διαβάζει» το ρεύμα φόρτισης στο πηνίο. Το ρεύμα φόρτισης ψηφιοποιείται από ανιχνευτή συνδεδεμένο με ψηφιακό βολτόμετρο, το οποίο με την σειρά του συνδέεται σε είσοδο του υπολογιστή. Τα δεδομένα που αναφέρθηκαν παραπάνω, μετρήσεις και συνθήκες πειράματος, εισέρχονται στο υπολογιστή και στην συσκευή mass storage. Τα στοιχεία αυτά αξιοποιούνται στον προσδιορισμό των μηχανικών ιδιοτήτων.

Ο εγχαράκτης είναι μία στήλη τοποθετημένη στο σώμα της διάταξης. Η ακίδα εγχάραξης βρίσκεται στο κάτω ελεύθερο άκρο του εγχαράκτη. Η ακίδα είναι ένα διαμάντι με γεωμετρία Berkovich (πυραμίδα τριών επιπέδων). Τα γεωμετρικά της χαρακτηριστικά είναι τα ακόλουθα:



- $S/h = 7.5315$
- Προβαλλόμενη Επιφάνεια A:  
 $A = f(h)$
- Γωνία Κεντρικού Άξονα:  $65.3^\circ$
- Ισοδύναμη Κωνική Γωνία:  
 $70.32^\circ$
- Ακτίνα Επαφής: N/A
- Καμπυλότητα:  $\sim 120 \text{ nm}$

**Σχήμα 4.3:** Χαρακτηριστικά του χρησιμοποιούμενου εγχαράκτη γεωμετρίας Berkovich

Πρέπει να αναφερθεί ότι στη στήλη του εγχαράκτη είναι δυνατή η τοποθέτηση ακίδας διαφορετικής γεωμετρίας από εκείνη της Berkovich, όπως Vickers, cube corner, σφαιρική κ.ά., ανάλογα με το είδος του προς μέτρηση υλικού. Επίσης, το όργανο υπολογίζει την μετατόπιση που οφείλεται σε θερμικά φαινόμενα κατά τη διάρκεια του πειράματος.

## 4.2 Πειραματική Διαδικασία

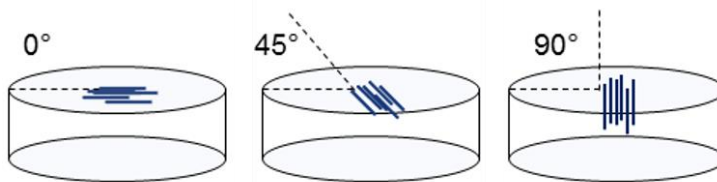
Για την διεξαγωγή των πειραμάτων χρησιμοποιήθηκε σύνθετο ινών άνθρακα-εποξικής ρητίνης, με ίνες T700S, διαμέτρου  $7 \mu\text{m}$  και κλάσμα όγκου ινών 60%. Το σύνθετο αυτό είναι εμπορικά διαθέσιμο και κατασκευάζεται από την Toray Carbon Fibers America Inc.

Αρχικά, κόπηκαν σε μηχανή κοπής CNC με υγροβολή, τρία δοκίμια  $1\text{cm} \times 1\text{cm}$  (με προσανατολισμό ινών  $0^\circ$ ,  $45^\circ$  και  $90^\circ$ ) από μια πλάκα του συνθέτου (plate S512) και εγκιβωτίστηκαν σε ρητίνη για περαιτέρω επεξεργασία. Στη συνέχεια, έγινε λείανση των εγκιβωτισμένων δειγμάτων σε αδιάβροχα λειαντικά χαρτιά καρβιδίων του πυριτίου (SiC) με 1200, 2000 και 4000 grit και ταυτόχρονη παροχή νερού, με σκοπό τη μείωση της τραχύτητας της επιφάνειας των δοκιμίων με εξομάλυνση των γραμμώσεων και ακολούθησε στίλβωση με τρεις τύπους πανιών και των αντίστοιχων στίλβωτικών υγρών με διαφορετικά μεγέθη λειαντικών σωματιδίων (διαμαντιών) κοκκομετρίας  $3 \mu\text{m}$ ,  $1 \mu\text{m}$  και  $0,04 \mu\text{m}$ . Η μικροδομή και η μορφολογία της επιφάνειας του συνθέτου μελετήθηκαν με Οπτική Μικροσκοπία (Optical Microscopy-OM), Ηλεκτρονική Μικροσκοπία

Σάρωσης (Scanning Electron Microscopy-SEM) και Μικροσκοπία Σάρωσης Ακίδας (Scanning Probe Microscopy-SPM).

Κατά την πειραματική διαδικασία πραγματοποιήθηκαν μετρήσεις νανοδιείσδυσης για διάφορα επιβαλλόμενα φορτία, κατά τις οποίες λαμβάνονται καμπύλες φόρτισης-αποφόρτισης, δηλαδή καμπύλες φορτίου συναρτήσει με το βάθος διείσδυσης σε τρία δείγματα συνθέτου ινών άνθρακα-εποξικής ρητίνης με προσανατολισμό ινών στις  $0^\circ$ ,  $45^\circ$  και  $90^\circ$ , όπως φαίνονται στο **Σχήμα 4.4**. Από τις καμπύλες, όπως έχει ήδη αναλυθεί στο Κεφάλαιο 3, και μέσω του μοντέλου Oliver-Pharr λαμβάνονται δεδομένα σκληρότητας ( $H$ ) και συνθέτου μέτρου ελαστικότητας ( $E_T$ ), από το άνω τμήμα της καμπύλης αποφόρτισης. Από την παρατήρηση των καμπύλων φορτίου – βάθους διείσδυσης μπορούν να εξαχθούν ποιοτικά συμπεράσματα για τη μηχανική συμπεριφορά των υπό μελέτη δειγμάτων και τους μηχανισμούς παραμόρφωσης. Συγκεκριμένα, πραγματοποιήθηκαν μονοκυκλικές (single) μετρήσεις νανοδιείσδυσης με μέγιστο επιβαλλόμενο φορτίο  $10000 \mu\text{N}$  σε διάφορα σημεία (ίνα άνθρακα, μήτρα και διεπιφάνεια ίνας-μήτρας) και στα τρία δείγματα, καθώς και μεμονωμένες μετρήσεις με μέγιστο φορτίο  $30000 \mu\text{N}$ . Επίσης, πραγματοποιήθηκαν πολυκυκλικές μετρήσεις (multi-cycle) με αυξανόμενο επιβαλλόμενο φορτίο από  $1500$  έως  $10000 \mu\text{N}$ , με βήμα  $500 \mu\text{N}$  και πολυκυκλικές με επιβαλλόμενο φορτίο από  $1500$  έως  $34500 \mu\text{N}$ , με βήμα  $1500 \mu\text{N}$ .

Κάθε μονοκυκλική μέτρηση πραγματοποιήθηκε με φόρτιση (loading) για  $20$  s μέχρι το μέγιστο φορτίο ( $10000 \mu\text{N}$ ), ακολούθησε διατήρηση του μέγιστου φορτίου για  $5$  s, ώστε να υπάρχει χρόνος για να επιστρέψει πλήρως το σύνθετο σε πλήρη επαφή με την ακίδα και  $20$  s αποφόρτιση (unloading). Στις μονοκυκλικές μετρήσεις, στις οποίες το μέγιστο φορτίο ρυθμίστηκε στα  $30000 \mu\text{N}$ , η χρονική εξέλιξη του εφαρμοζόμενου φορτίου ορίστηκε ως  $60$  s φόρτιση,  $3$  s διατήρηση μέγιστου φορτίου και  $60$  s αποφόρτιση (60-3-60).



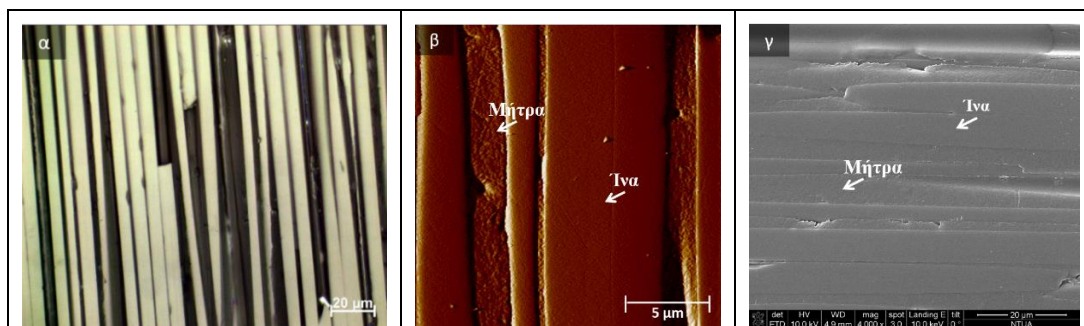
**Σχήμα 4.4:** Μελέτη δειγμάτων συνθέτου ινών άνθρακα/εποξικής ρητίνης με προσανατολισμό ινών  $0^\circ$ ,  $45^\circ$  και  $90^\circ$ .



### 4.3 Ανάλυση πειραματικών δεδομένων

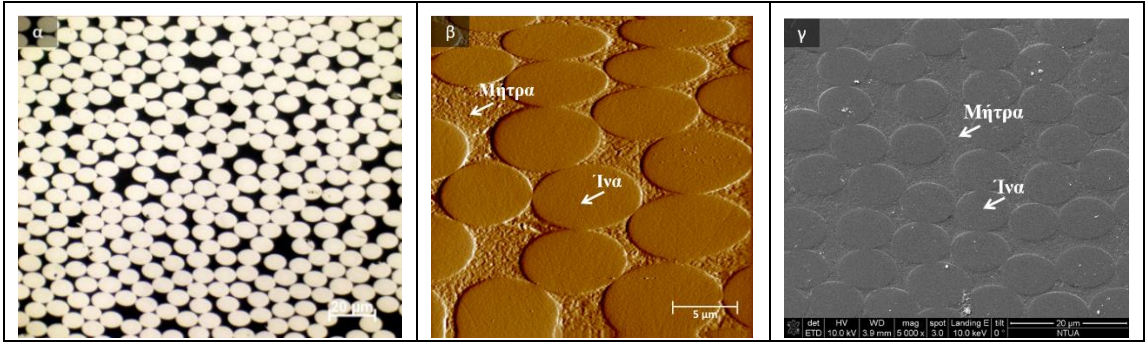
#### 4.3.1 Μικροδομή συνθέτου ινών άνθρακα/εποξικής ρητίνης

Στο παρακάτω σχήμα φαίνεται η μικροδομή του συνθέτου ινών άνθρακα-εποξικής ρητίνης με προσανατολισμό ινών στις 0°. Στο **Σχήμα 4.5(α)**, με λευκό χρώμα απεικονίζονται οι ίνες και με μαύρο η εποξειδική ρητίνη, όπως αυτό λήφθηκε από το οπτικό μικροσκόπιο (OM), ενώ στο **Σχήμα 4.5(β)** παρατίθεται η μορφολογία της επιφάνειας του δείγματος, η οποία λήφθηκε από το μικροσκόπιο σάρωσης ακίδας (SPM) και διακρίνεται εύκολα η πολυμερική μήτρα από τη διαμήκη τομή των ινών, λόγω της διαφοράς στην τραχύτητα. Στην εικόνα ηλεκτρονικής μικροσκοπίας σάρωσης (SEM), η μορφολογία της επιφάνειας της πολυμερικής μήτρας είναι πιο τραχεία σε σχέση με αυτή της ίνας (**Σχήμα 4.5(γ)**).

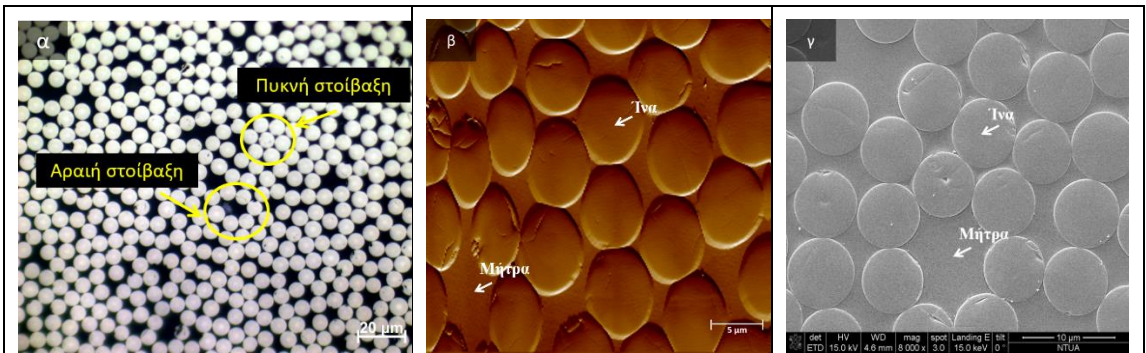


**Σχήμα 4.5:** Μικροδομή συνθέτου ινών άνθρακα-εποξικής ρητίνης με προσανατολισμό ινών στις 0°, (α) Εικόνα OM, (β) Εικόνα SPM και (γ) Εικόνα SEM.

Οι ίνες άνθρακα κατανομούνται σχετικά ομοιογενώς μέσα στην εποξειδική μήτρα, όπως απεικονίζεται στα **Σχήματα 4.6** και **4.7** του συνθέτου ινών άνθρακα-εποξικής ρητίνης με προσανατολισμό ινών στις 45° και 90°, αντίστοιχα. Στο **Σχήμα 4.6** (Εικόνες OM, SPM και SEM) παρατίθενται η μικροδομή του δείγματος με προσανατολισμό ινών στις 45°, όπου διακρίνεται η τομή των ινών υπό γωνία 45°. Στο **Σχήμα 4.7** διακρίνεται η εγκάρσια διάμετρος των ινών και σε ορισμένες περιοχές του δείγματος παρατηρείται πυκνή εξαγωνική στοίβαξη των ινών, ενώ σε άλλες πιο αραιή διάταξη των ινών.



**Σχήμα 4.6:** Μικροδομή συνθέτου ινών άνθρακα-εποξικής ρητίνης με προσανατολισμό ινών στις 45°, (α) Εικόνα OM, (β) Εικόνα SPM και (γ) Εικόνα SEM.

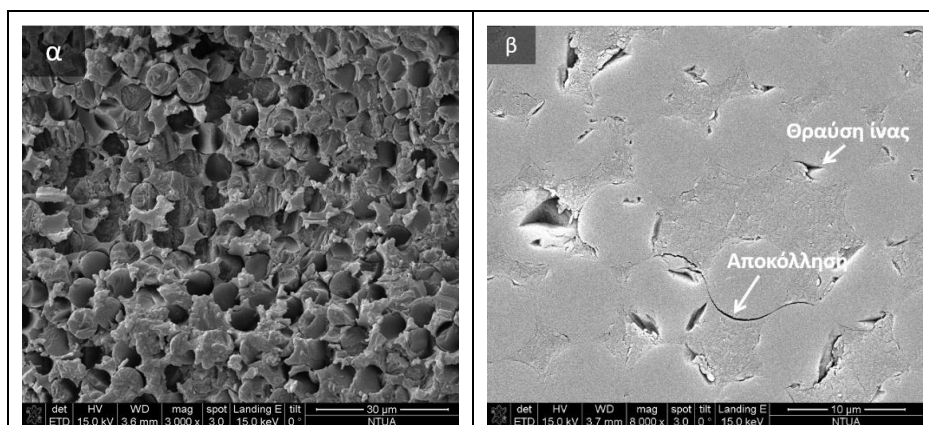


**Σχήμα 4.7:** Μικροδομή συνθέτου ινών άνθρακα-εποξικής ρητίνης με προσανατολισμό ινών στις 90°, (α) Εικόνα OM, (β) Εικόνα SPM και (γ) Εικόνα SEM.

Στις μετρήσεις νανοδιείσδυσης, η μορφολογία της επιφάνειας του δείγματος παίζει σημαντικό ρόλο. Για το λόγο αυτό, η προσεκτική προετοιμασία του δείγματος, κατά τη λείανση και τη στίλβωση, είναι απαραίτητη. Οι Desaegeer και Verpoest [1] έδειξαν μια διαφορά 40% στα φορτία αποκόλλησης απλά αλλάζοντας τη διαδικασία στίλβωσης. Οι δύο σημαντικοί στόχοι κατά τη στίλβωση είναι να εισαχθούν όσο το δυνατόν λιγότερες επιφανειακές ατέλειες και διεπιφανειακές τάσεις, οι οποίες προκαλούν πρόωρη διεπιφανειακή ρηγματώση κατά την προετοιμασία των δοκιμίων για δοκιμές νανοδιείσδυσης και να παραχθεί μια πολύ επίπεδη επιφάνεια, έτσι ώστε να αναδειχθεί η μορφολογία της επιφάνεια και η μικροδομή του συνθέτου.

Στο **Σχήμα 4.8(α)** απεικονίζεται η μορφολογία της επιφάνειας του δείγματος με προσανατολισμό 90° μετά από την κοπή του σε μηχανή κοπής με υγροβολή, όπου παρατηρούνται ατέλειες (οπές, τραχύτητα) στην επιφάνεια και αποκόλληση των ινών άνθρακα. Μετά από χωρίς έμφαση στη λεπτομέρεια (διαφορετική

διαδικασία λείανσης και στίλβωσης) προετοιμασία του δείγματος (**Σχήμα 4.8(β)**) παρατηρούνται θραύσεις στις ίνες και αποκόλληση των ιών από τη μήτρα στη διεπιφάνεια, οι οποίες προέρχονται από τη στίλβωση, αλλά και από παραμένουσες τάσεις.



**Σχήμα 4.8:** Μορφολογία επιφάνειας συνθέτου 90° (α) μετά την κοπή του δείγματος και (β) μετά από μη προσεκτική λείανση και στίλβωση.

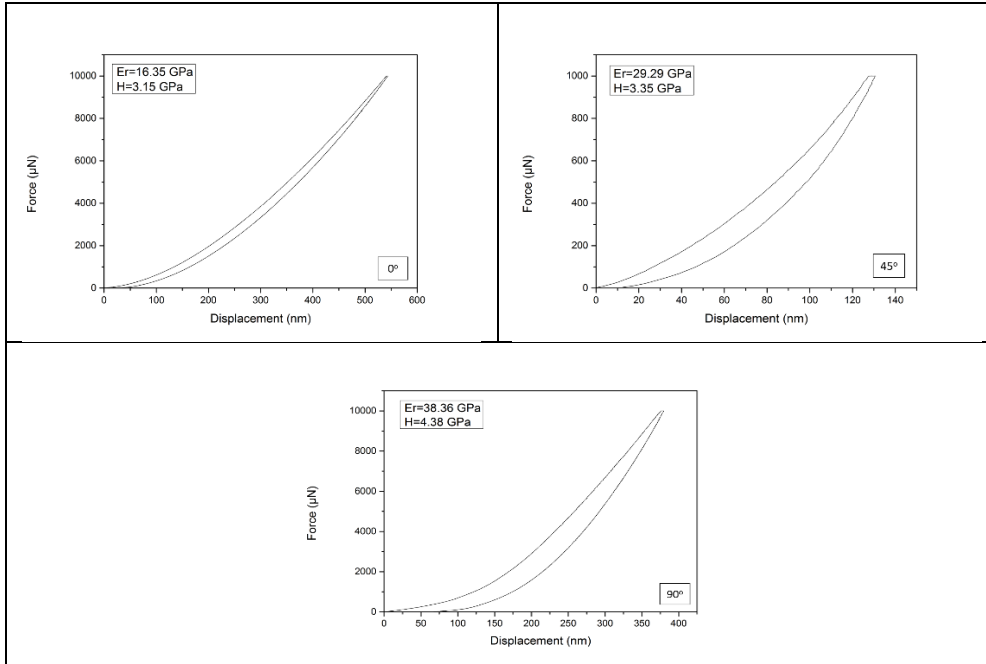
### 4.3.2 Νανομηχανικές ιδιότητες συνθέτου ιών άνθρακα/εποξικής ρητίνης με επιβαλλόμενο φορτίο 10000 $\mu\text{N}$

Οι μονοκυκλικές μετρήσεις νανοδιείσδυσης επιλέχθηκαν τυχαία, ανεξαρτήτως του τοπικού περιεχομένου όγκου ιών που περιβάλλουν τη θέση μέτρησης. Με βάση αυτή την τυχαία επιλογή, τα αποτελέσματα της μέτρησης αντιπροσωπεύουν τη διεπιφανειακή αντοχή και τη συμπεριφορά αστοχίας του συνολικού δείγματος.

Στο **Σχήμα 4.9** παρουσιάζονται ενδεικτικά τα διαγράμματα φορτίου-μετατόπισης των συνθέτων ιών άνθρακα-εποξειδικής ρητίνης με προσανατολισμό ιών 0°, 45° και 90° κατά τις μεμονωμένες μετρήσεις νανοδιείσδυσης με επιβαλλόμενο φορτίο 10000  $\mu\text{N}$ , όπου είναι εμφανή το μέτρο ελαστικότητας και η σκληρότητα των δειγμάτων. Οι μετρήσεις των διαγραμμάτων φορτίου-μετατόπισης, που παρατίθενται στο παρακάτω σχήμα, έχουν ληφθεί από περιοχή ίνας. Παρατηρείται ότι το μέτρο ελαστικότητας και η σκληρότητα είναι υψηλότερα στο δείγμα με προσανατολισμό ιών 90°, επαληθεύοντας ότι οι μηχανικές ιδιότητες του συνθέτου είναι καλύτερες στη διεύθυνση των ιών.

Στην καμπύλη φορτίου-μετατόπισης του δείγματος με προσανατολισμό ιών 0°, η αρχική μετατόπιση του εντυπωτή έως τα 50 nm περίπου οδηγεί σε μικρή αύξηση του φορτίου και περαιτέρω μετατόπιση οδηγεί σε απότομη αύξηση του

φορτίου μέχρι το μέγιστο φορτίο (καμπύλη φόρτισης), με τη μετατόπιση του εντυπωτή να φτάνει τα 550 nm περίπου. Μετά το μέγιστο φορτίο ακολουθεί η αποφόρτιση του δείγματος και η παραμένουσα μετατόπιση είναι περίπου 20 nm.



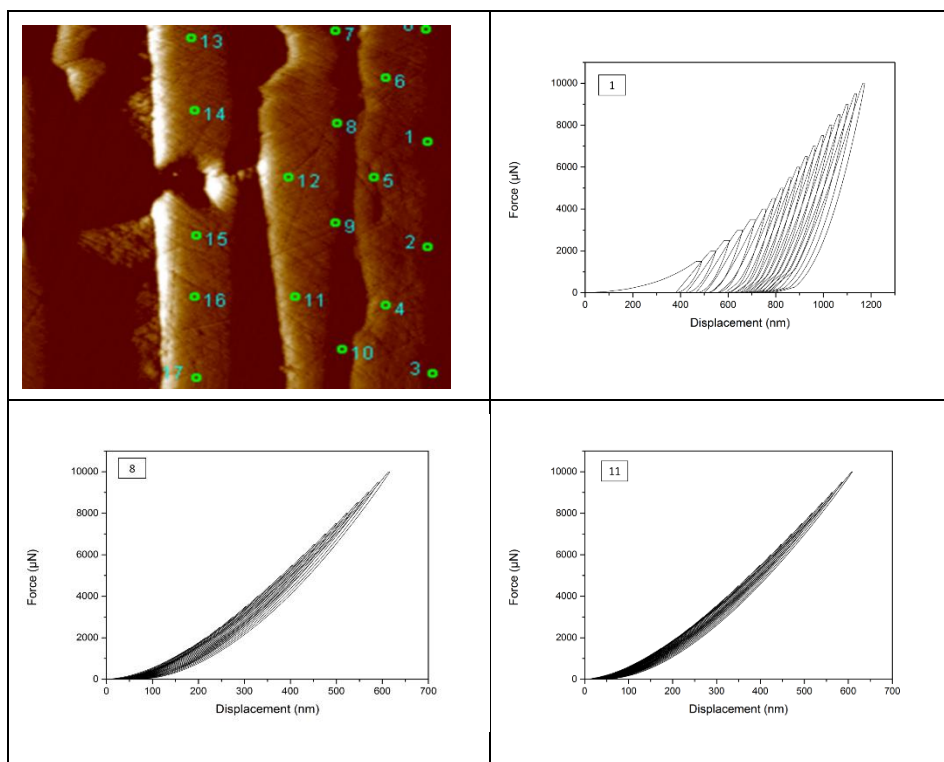
**Σχήμα 4.9:** Διαγράμματα φορτίου-μετατόπισης των συνθέτων ινών άνθρακα-εποξειδικής ρητίνης με προσανατολισμό ινών 0°, 45° και 90°.

Στην καμπύλη φορτίου-μετατόπισης του δείγματος με προσανατολισμό ινών 45°, η καμπύλη φόρτισης φτάνει στο μέγιστο φορτίο με μετατόπιση στα 130 nm περίπου, ενώ η παραμένουσα μετατόπιση κατά την αποφόρτιση του δείγματος είναι περίπου 10 nm.

Στην καμπύλη φορτίου-μετατόπισης του δείγματος με προσανατολισμό ινών 90°, η καμπύλη φόρτισης φτάνει στο μέγιστο φορτίο με μετατόπιση στα 380 nm περίπου, ενώ η παραμένουσα μετατόπιση κατά την αποφόρτιση του δείγματος είναι περίπου 50 nm.

### 4.3.3 Νανομηχανικές ιδιότητες συνθέτου ινών άνθρακα/εποξικής ρητίνης με επιβαλλόμενο φορτίο από 1500 έως 10000 $\mu\text{N}$

Προκειμένου να διερευνηθούν περαιτέρω οι μηχανικές ιδιότητες των συνθέτων ινών άνθρακα - εποξικής ρητίνης, πραγματοποιήθηκαν πολυκυκλικές μετρήσεις νανοδιείσδυσης με αυξανόμενο επιβαλλόμενο φορτίο από 1500 έως 10000  $\mu\text{N}$ , με βήμα 500  $\mu\text{N}$  σε δείγματα με προσανατολισμό ινών  $0^\circ$ ,  $45^\circ$  και  $90^\circ$ , τυχαία σε όλη την επιφάνεια των δειγμάτων.

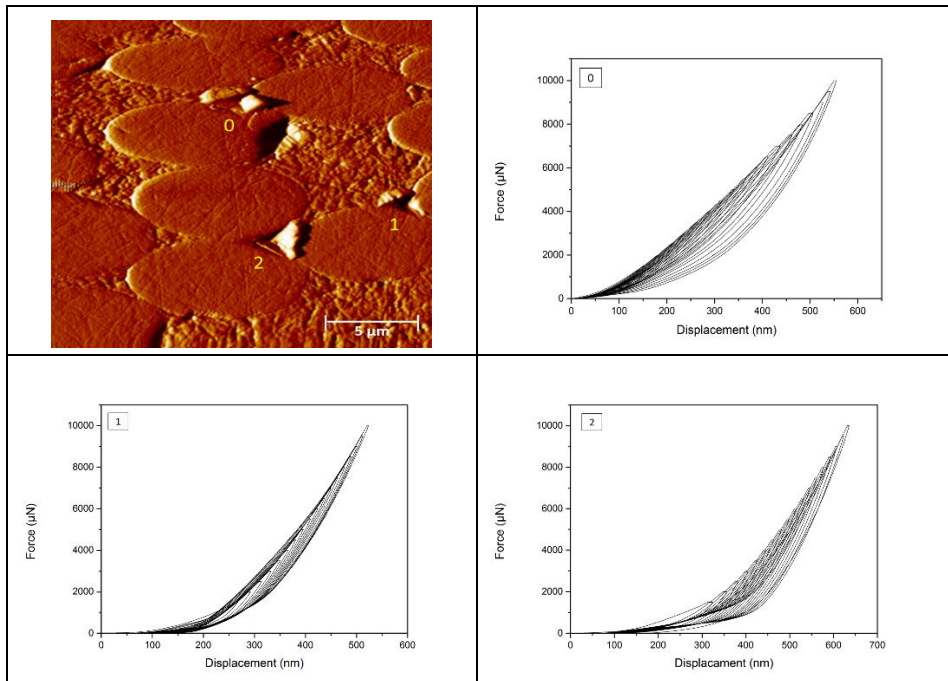


**Σχήμα 4.10:** Πολυκυκλικές μετρήσεις νανοδιείσδυσης με αυξανόμενο επιβαλλόμενο φορτίο από 1500 έως 10000  $\mu\text{N}$ , με βήμα 500  $\mu\text{N}$  δείγματος με προσανατολισμό ινών  $0^\circ$ .

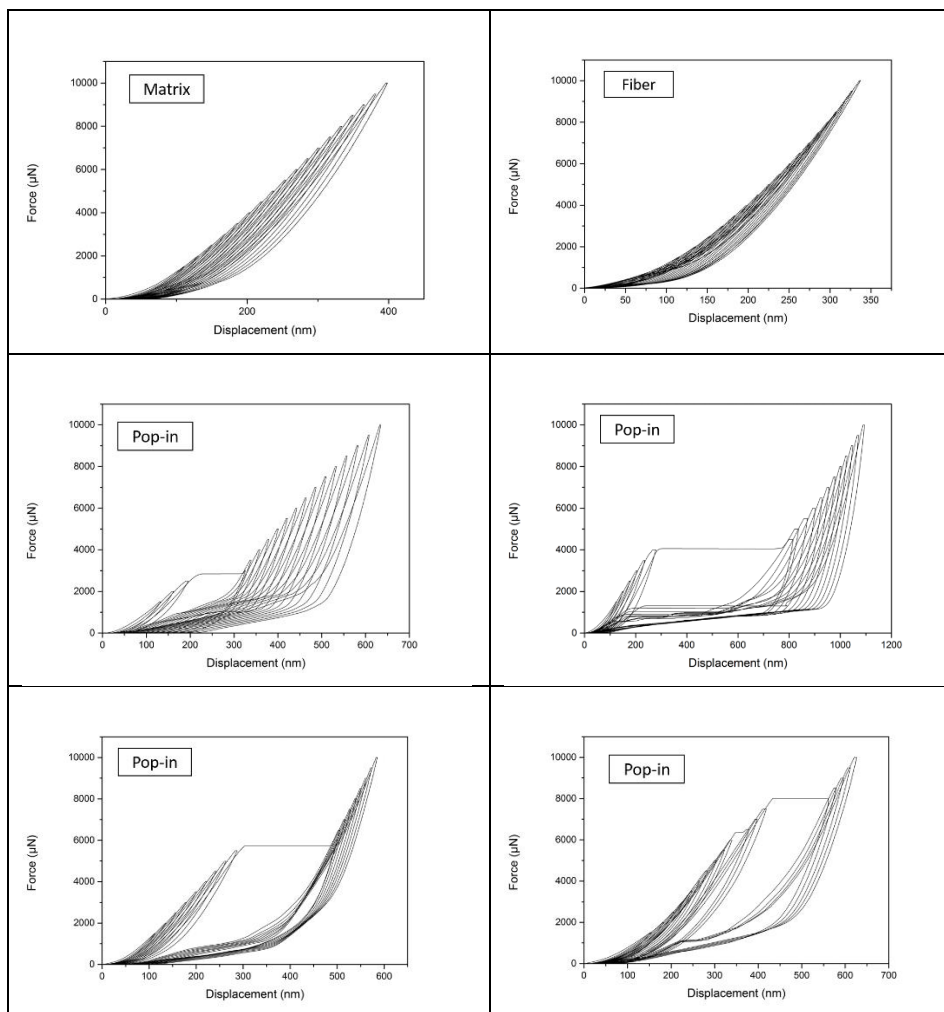
Στο δείγμα με προσανατολισμό ινών στις  $0^\circ$  πραγματοποιήθηκαν πολυκυκλικές μετρήσεις σε 18 σημεία της επιφάνειάς του. Στο **Σχήμα 4. 10** επάνω αριστερά φαίνεται μία εικόνα SPM της επιφάνειας του δείγματος, στην οποία απεικονίζονται αριθμημένα τα σημεία των μετρήσεων. Στα διαγράμματα φορτίου-μετατόπισης παρουσιάζονται οι επαναλαμβανόμενες καμπύλες φόρτισης-αποφόρτισης των σημείων 1, 8 και 11 (επάνω δεξιά, κάτω αριστερά και

κάτω δεξιά, αντίστοιχα). Οι καμπύλες 8 και 11 έχουν την ίδια σχεδόν μορφή, δηλαδή στενή κατανομή των καμπυλών φόρτισης-αποφόρτισης και μετατόπιση του εντυπωτή έως και 650 nm περίπου στο μέγιστο φορτίο. Στην καμπύλη 1 οι καμπύλες φόρτισης-αποφόρτισης είναι πιο αραιές και η μετατόπιση του διεισδυτή φτάνει έως και τα 1200 nm περίπου, στο μέγιστο φορτίο. Οι μετρήσεις των καμπυλών 8 και 11 λήφθηκαν από την διείσδυση σε ίνα, ενώ της καμπύλης 1 πιθανόν να λήφθηκε από διείσδυση αρχικά σε ίνα και στη συνέχεια σε μήτρα.

Στο δείγμα με προσανατολισμό ινών τις 45° πραγματοποιήθηκαν πολυκυκλικές μετρήσεις σε 3 σημεία στη διεπιφάνεια ίνας-μήτρας, όπως φαίνονται στην εικόνα SPM του Σχήματος 4.11. Τα διαγράμματα φορτίου-μετατόπισης είναι παρόμοια και για τις τρεις μετρήσεις και ο τελευταίος κύκλος φόρτισης-αποφόρτισης φτάνει σε μια μετατόπιση του διεισδυτή της τάξεως των 550 nm περίπου, στο μέγιστο φορτίο.



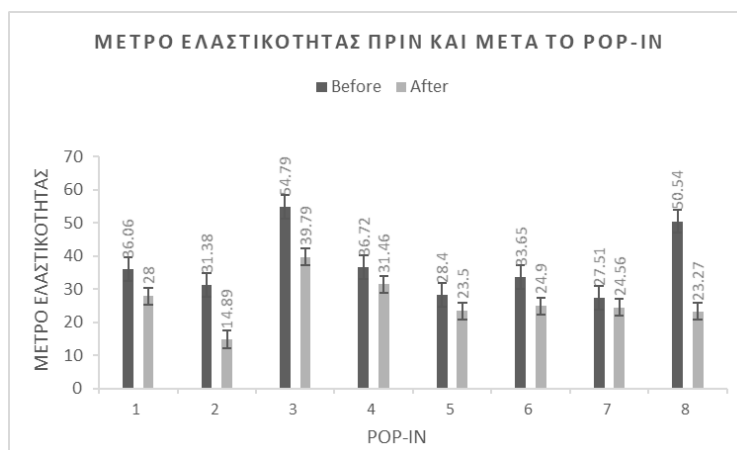
**Σχήμα 4.11:** Πολυκυκλικές μετρήσεις νανοδιείσδυσης με αυξανόμενο επιβαλλόμενο φορτίο από 1500 έως 10000  $\mu\text{N}$ , με βήμα 500  $\mu\text{N}$  δείγματος με προσανατολισμό ινών 45°.



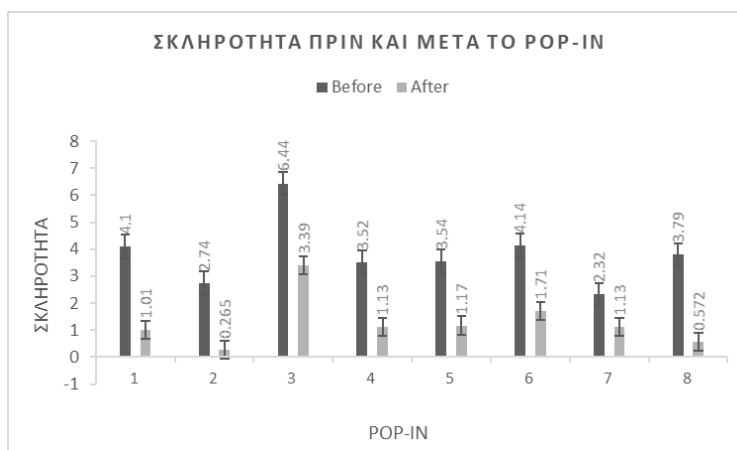
**Σχήμα 4.12:** Πολυκυκλικές μετρήσεις νανοδιείσδυσης με αυξανόμενο επιβαλλόμενο φορτίο από 1500 έως 10000  $\mu\text{N}$ , με βήμα 500  $\mu\text{N}$  δείγματος με προσανατολισμό ινών  $90^\circ$ .

Στο **Σχήμα 4.12** απεικονίζονται ενδεικτικά τα διαγράμματα φορτίου-μετατόπισης, τα οποία λήφθηκαν κατά τις πολυκυκλικές φορτίσεις στη μήτρα, στην ίνα και κοντά στη διεπιφάνεια ίνας-μήτρας, σε ένα πλέγμα  $7 \times 7$ , του δείγματος με προσανατολισμό ινών  $90^\circ$ . Παρατηρείται ότι στη μήτρα ο τελευταίος κύκλος φόρτισης-αποφόρτισης φτάνει μέχρι μία μετατόπιση του εντυπωτή στα 400 nm περίπου, ενώ στην ίνα μέχρι τα 350 nm, στο μέγιστο φορτίο. Από τις μετρήσεις στη διεπιφάνεια ίνας-μήτρας προκύπτουν διαγράμματα φορτίου-μετατόπισης, όπου σε έναν από τους κύκλους φόρτισης - αποφόρτισης, κατά τη φόρτιση παρατηρείται σταθεροποίηση του φορτίου μέχρι μια ορισμένη μετατόπιση του διεισδυτή, ακολουθεί αύξηση της μετατόπισης

μέχρι το μέγιστο φορτίο και αποφόρτιση. Το γεγονός αυτό στη βιβλιογραφία καλείται pop-in [2, 3]. Τα pop-in events παρατηρούνται σε διαφορετικούς κύκλους φόρτισης-αποφόρτισης, σε διαφορετικά φορτία, καθώς και σε διαφορετικές μετατοπίσεις του εντυπωτή. Η διαφοροποίηση αυτή οφείλεται στην τοπική μικροδομή (Σχήμα 4.7(α)) του δείγματος κατά τη μέτρηση, δηλαδή την πυκνή ή αραιή στοίβαξη των ινών, όπως αυτό αποδεικνύεται παρακάτω.



Σχήμα 4.13: Μέτρο ελαστικότητας δείγματος πριν και μετά το pop-in.



Σχήμα 4.14: Σκληρότητα δείγματος πριν και μετά το pop-in.

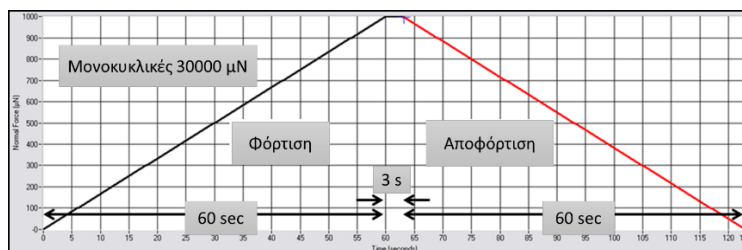
Κατά τις πολυκυκλικές αυτές μετρήσεις στη διεπιφάνεια ίνας-μήτρας προέκυψαν 8 διαγράμματα φορτίου-μετατόπισης με pop-in events, από τα οποία υπολογίστηκαν το μέτρο ελαστικότητας και η σκληρότητα, πριν και μετά το



γεγονός. Στα **Σχήματα 4.13** και **4.14** φαίνονται το μέτρο ελαστικότητας και η σκληρότητα του δείγματος πριν και μετά το pop-in. Παρατηρείται ότι σε όλες τις μετρήσεις τόσο το μέτρο ελαστικότητας, όσο και η σκληρότητα του δείγματος παρουσιάζουν υψηλότερες τιμές πριν το pop-in. Η μείωση του μέτρου ελαστικότητας και της σκληρότητας μετά το γεγονός οφείλεται στη μερική αποκόλληση της ίνας με τη μήτρα [4].

#### 4.3.4 Νανομηχανικές ιδιότητες συνθέτου ινών άνθρακα/εποξικής ρητίνης με επιβαλλόμενο φορτίο 30000 $\mu\text{N}$

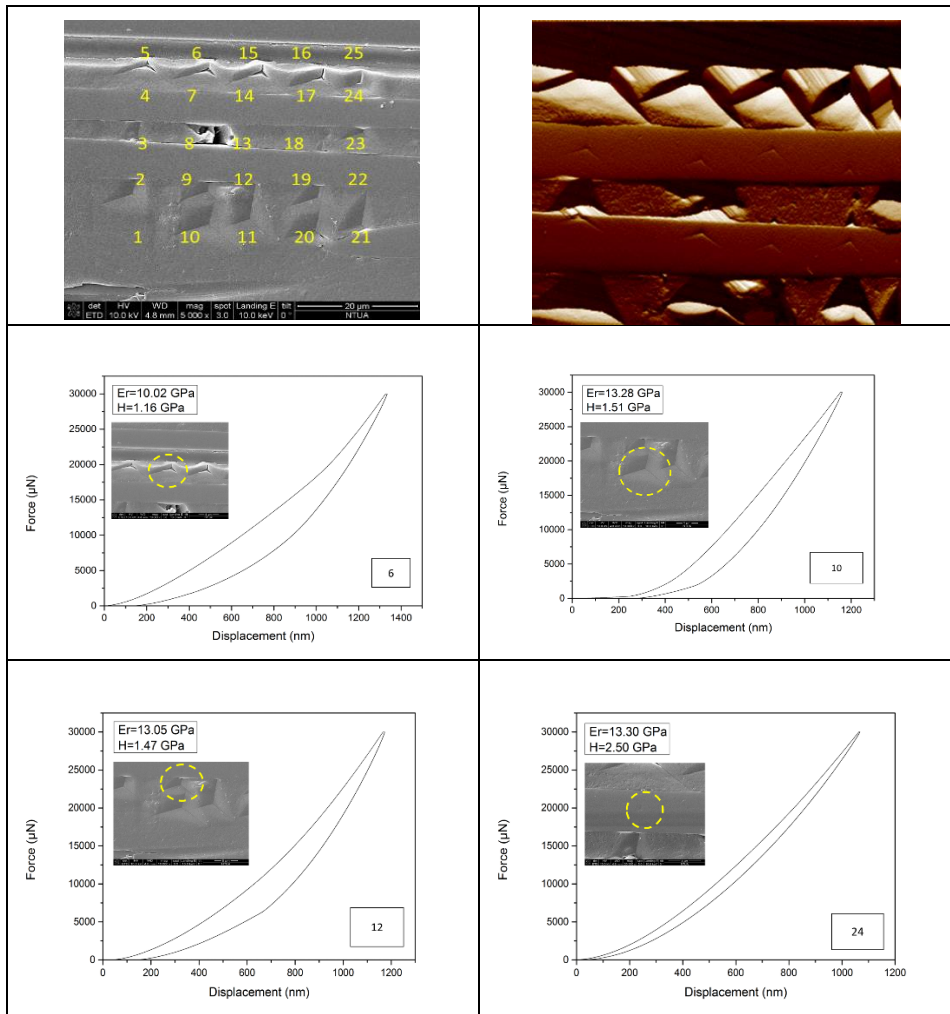
Στα δείγματα με προσανατολισμό ινών  $0^\circ$ ,  $45^\circ$  και  $90^\circ$  πραγματοποιήθηκαν μονοκυκλικές μετρήσεις νανοδιείσδυσης με επιβαλλόμενο φορτίο 30000  $\mu\text{N}$  (**Σχήμα 4.15**). Στα σύνθετα με προσανατολισμό ινών  $0^\circ$  και  $45^\circ$  οι μετρήσεις έγιναν σε ένα πλέγμα  $5 \times 5$  στην επιφάνεια των δειγμάτων, όπως παρουσιάζονται στις εικόνες SEM των σχημάτων 4.16 και 4.17, αντίστοιχα.



**Σχήμα 4.15:** Διάγραμμα φορτίου-χρόνου μονοκυκλικής φόρτισης-αποφόρτισης.

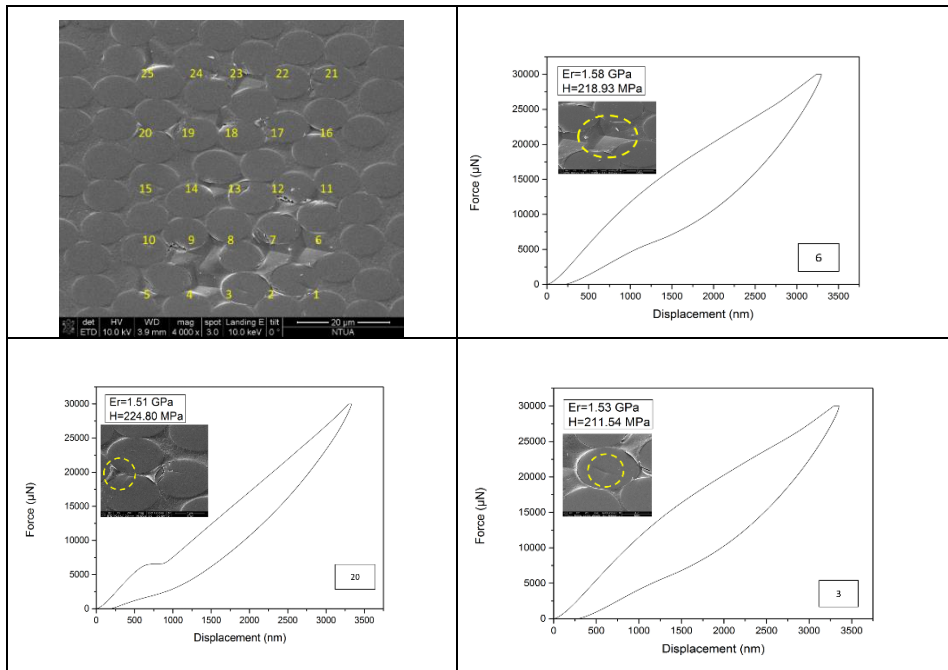
Στο **Σχήμα 4.16** παρατίθενται ενδεικτικά τα διαγράμματα φορτίου-μετατόπισης από διάφορες περιοχές μετρήσεων, δηλαδή σε ίνα, σε μήτρα και σε περιοχή μήτρας, στην οποία η ίνα βρίσκεται σε μικρό βάθος κάτω από τη μήτρα, όπως φαίνεται οπτικά στην εικόνα SEM (εντυπώσεις 5, 6, 15, 16 και 25). Η καμπύλη φορτίου-μετατόπισης 6 αντιπροσωπεύει μετρήσεις στην περιοχή μήτρας με ίνα σε μικρό βάθος, στην οποία η καμπύλη φόρτισης φτάνει στο μέγιστο φορτίο με μετατόπιση στα 1300 nm περίπου, ενώ η παραμένουσα μετατόπιση κατά την αποφόρτιση του δείγματος είναι περίπου 50 nm. Οι τιμές του μέτρου ελαστικότητας και της σκληρότητας σε αυτή την περιοχή μέτρησης (10.02 GPa και 1.16 GPa, αντίστοιχα) εμφανίζονται χαμηλότερες συγκριτικά με τις τιμές σε μετρήσεις στην ίνα και στη μήτρα. Οι καμπύλες 10 και 12 ελήφθησαν από

μετρήσεις σε περιοχή μήτρας και παρατηρείται ότι όλες οι καμπύλες φόρτισης φτάνουν στο μέγιστο φορτίο με μετατόπιση στα 1200 nm περίπου, ενώ η μέση τιμή της παραμένουσας μετατόπισης κατά την αποφόρτιση του δείγματος είναι περίπου 250 nm. Πραγματοποιήθηκαν δέκα εντυπώσεις σε περιοχή μήτρας, από τις οποίες ο μέσος όρος των τιμών του μέτρου ελαστικότητας και της σκληρότητας ήταν 12.55 GPa και 1.55 GPa, αντίστοιχα. Η μέτρηση της καμπύλης 24 πραγματοποιήθηκε σε περιοχή ίνας. Από τις δέκα εντυπώσεις, που πραγματοποιήθηκαν σε περιοχή ίνας, παρατηρείται ότι οι τιμές του μέτρου ελαστικότητας (μέση τιμή 11.73 GPa) και της σκληρότητας (μέση τιμή 1.75 GPa) είναι υψηλότερες συγκριτικά με αυτές που πραγματοποιήθηκαν σε περιοχή μήτρας.



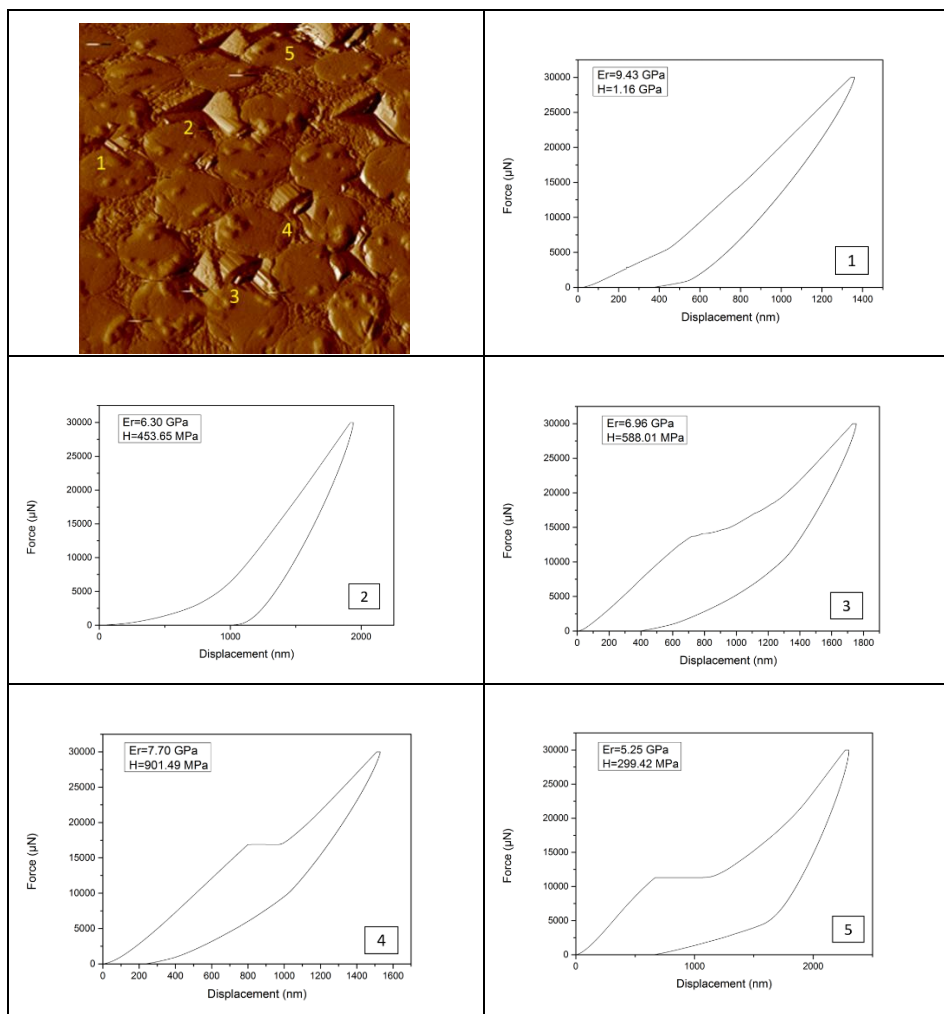
**Σχήμα 4.16:** Μονοκυκλικές μετρήσεις νανοδιείσδυσης, με επιβαλλόμενο φορτίο 30000  $\mu\text{N}$ , δείγματος με προσανατολισμό ινών  $0^\circ$ .

Στο **Σχήμα 4.17** παρουσιάζονται τα διαγράμματα φορτίου-μετατόπισης, τα οποία ελήφθησαν από περιοχή μήτρας (καμπύλη 6), περιοχή διεπιφάνειας ίνας-μήτρας (καμπύλη 20) και περιοχή ίνας (καμπύλη 3). Παρατηρείται ότι οι τιμές του μέτρου ελαστικότητας και της σκληρότητας είναι παρόμοιες, ανεξαρτήτου περιοχής εντύπωσης και υπολογίστηκαν οι μέσες τιμές μέτρου ελαστικότητας (1.48 GPa) και σκληρότητας (205 MPa) των είκοσι πέντε μετρήσεων.



**Σχήμα 4.17:** Μονοκυκλικές μετρήσεις νανοδείσδυσης, με επιβαλλόμενο φορτίο 30000  $\mu\text{N}$ , δείγματος με προσανατολισμό ινών  $45^\circ$ .

Στο δείγμα με προσανατολισμό ινών τις  $90^\circ$  πραγματοποιήθηκαν μονοκυκλικές μετρήσεις νανοδείσδυσης τυχαία στην επιφάνειά του ανεξαρτήτως του τοπικού περιεχομένου όγκου ινών που περιβάλλουν τη θέση μέτρησης, όπως φαίνονται στην εικόνα SPM του Σχήματος 4.18. Στο **Σχήμα 4.18** παρουσιάζονται, επίσης, ενδεικτικά διαγράμματα φορτίου-μετατόπισης. Η καμπύλη 1 αντιπροσωπεύει μετρήσεις σε ίνα και είναι εμφανείς οι υψηλές τιμές μέτρου ελαστικότητας και σκληρότητας. Στις καμπύλες 2 και 3, οι οποίες αντιπροσωπεύουν μετρήσεις σε περιοχές μήτρας, υπολογίστηκαν διαφορετικές τιμές σκληρότητας και παρατηρούνται διαφορετικές μετατοπίσεις του εντυπωτή. Η διαφοροποίηση αυτή οφείλεται στο διαφορετικό τοπικό περιβάλλον και τη στοίβαξη των ινών-μήτρας. Οι καμπύλες 4 και 5 (**Σχήμα 4.18**) ελήφθησαν από τη διεπιφάνεια ίνας-μήτρας και παρουσιάζουν pop-in event σε διαφορετικό φορτίο και διαφορετική μετατόπιση, λόγω της μικροδομής του δείγματος στα σημεία των μετρήσεων.

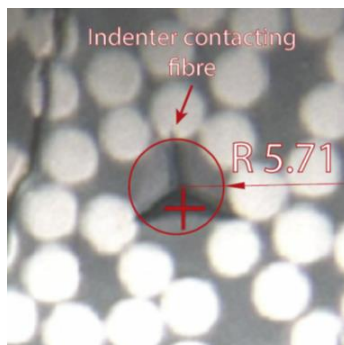


**Σχήμα 4.18:** Μονοκυκλικές μετρήσεις νανοδιείσδυσης, με επιβαλλόμενο φορτίο 30000  $\mu\text{N}$ , δείγματος με προσανατολισμό ιών  $90^\circ$ .

Η μηχανική επίδραση του περιορισμού της μήτρας από τις περιβάλλουσες ίνες έχει χαρακτηριστεί χρησιμοποιώντας μοντέλα πεπερασμένων στοιχείων [5]. Η μελέτη αυτή δίνει μια εικόνα για τη μεταφορά της τάσης στο υπόστρωμα μεταξύ των δομικών στοιχείων, κατά τον χαρακτηρισμό μικροδομών διαφορετικής στοιβαξης ιών-μήτρας χρησιμοποιώντας την τεχνική της νανοδιείσδυσης και έδειξε ότι το μέτρο του βάθους διείσδυσης για το υλικό της μήτρας μπορεί να υπερεκτιμηθεί κατά 47% λόγω της διαφορετικής στοιβαξης.

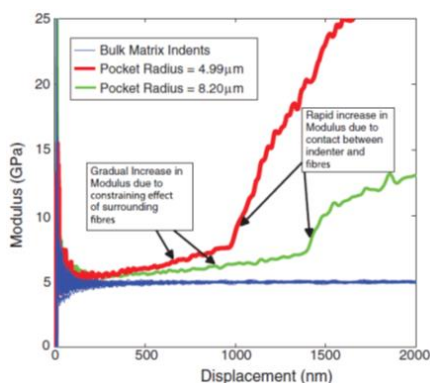
Η επίδραση του περιορισμού των ιών έχει χαρακτηριστεί επίσης πειραματικά από τον M. Hardiman και τους συνεργάτες του [6], χρησιμοποιώντας τα δεδομένα από 50 νανοδιείσδυσεις, οι οποίες διεξήχθησαν σε διάφορα “πακέτα” ρητίνης των

δειγμάτων, δηλαδή σε περιοχές του συνθέτου που η μήτρα (ρητίνη) καταλαμβάνει μεγάλο εμβαδόν.



**Σχήμα 4.19:** Εικόνα οπτικού μικροσκοπίου (1000x) με το αποτύπωμα μιας διείδυσης, η οποία πραγματοποιήθηκε σε ένα “πακέτο” μήτρας με ακτίνα 5,71  $\mu\text{m}$  [6].

Στο **Σχήμα 4.19** φαίνεται το αποτύπωμα της μέτρησης στο κέντρο του “πακέτου” μήτρας και στο **Σχήμα 4.20** συγκρίνονται τα δεδομένα του μέτρου CSM (continuous stiffness measurement) για δύο εντυώσεις με διαφορετική ακτίνα “πακέτου” με τα δεδομένα CSM της ρητίνης. Για τα χαμηλότερα βάρη διείδυσης οι τιμές του μέτρου παραμένουν σχετικά σταθερές σε σχέση με τη μετατόπιση του εντυωτή. Αυτό ακολουθείται από μία περιοχή σταδιακής αύξησης στις τιμές του μέτρου συναρτήσει της αύξησης της μετατόπισης του εντυωτή, λόγω της μηχανικής περιοριστικής επίδρασης των περιβαλλουσών ινών. Μετά από κάποιο σημείο, ο συντελεστής αρχίζει να αυξάνεται γρήγορα επειδή ο εντυωτής έρχεται σε επαφή με μία ή με περισσότερες από τις ίνες που περιβάλλουν την περιοχή της μήτρας.

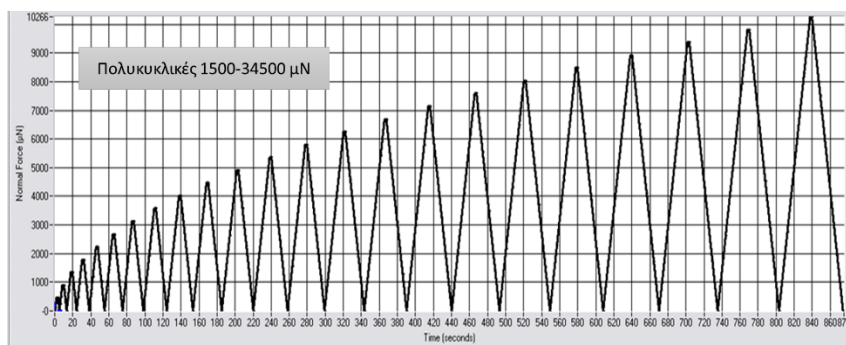


**Σχήμα 4.20:** Μέτρο ελαστικότητας συναρτήσει βάθους διείδυσης για μετρήσεις νανοδιείδυσης σε καθαρή 6376 ρητίνη και σε δύο “πακέτα” ρητίνης [6].

Ο χαρακτηρισμός αυτής της επίδρασης επέτρεψε τη σύγκριση των παραγματικών τιμών του μέτρου για κάθε “πακέτο” μήτρας με εκείνη της καθαρής μήτρας. Ο συντελεστής διείδυσης για πολλά από τα “πακέτα” μήτρας βρέθηκε να αποκλίνει από την τιμή της καθαρής ρητίνης. Διαπιστώθηκε ότι αυτή η αλλαγή στο μέτρο ελαστικότητας εξαρτάται από το μέγεθος του “πακέτου” της μήτρας και αυξάνεται έως και 19% σε σύγκριση με την τιμή της μήτρας.

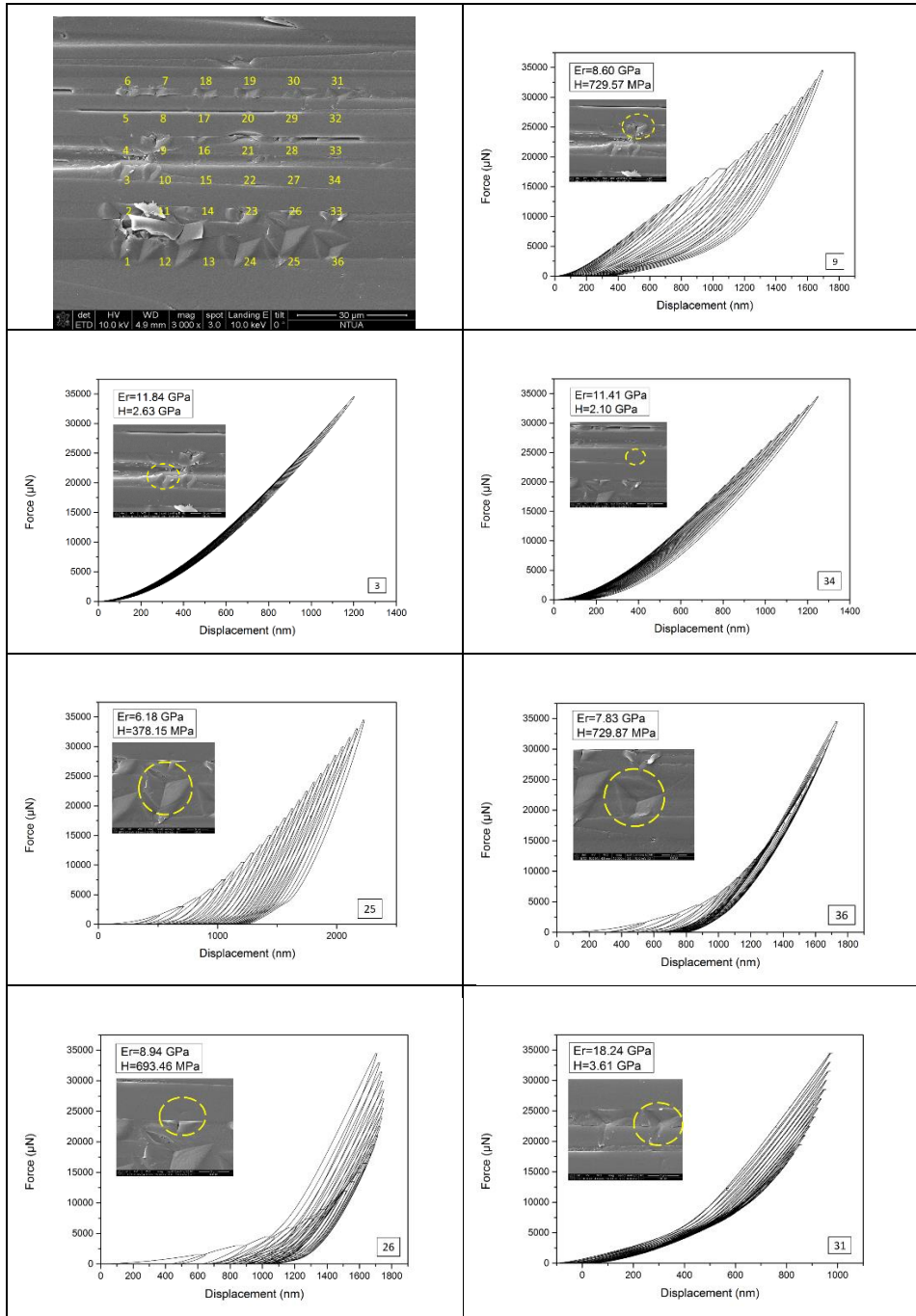
#### 4.3.5 Νανομηχανικές ιδιότητες συνθέτου ινών άνθρακα/εποξικής ρητίνης με επιβαλλόμενο φορτίο από 1500 έως 34500 $\mu\text{N}$

Για περαιτέρω διερεύνηση των μηχανικών ιδιοτήτων των συνθέτων ινών άνθρακα-εποξικής ρητίνης με προσανατολισμό ινών  $0^\circ$ ,  $45^\circ$  και  $90^\circ$  πραγματοποιήθηκαν πολυκυκλικές μετρήσεις νανοδιείδυσης με αυξανόμενο επιβαλλόμενο φορτίο από 1500 έως 34500  $\mu\text{N}$ , με βήμα 1500  $\mu\text{N}$  και ρυθμό φόρτισης 1 mN/s τυχαία σε όλη την επιφάνεια των δειγμάτων. Το δείγμα με προσανατολισμό ινών  $0^\circ$  υποβλήθηκε σε πολυκυκλικές μετρήσεις, σε 36 σημεία πλέγματος  $6 \times 6$ , το δείγμα των  $45^\circ$  σε 42 σημεία πλέγματος  $6 \times 7$ , ενώ στο δείγμα με προσανατολισμό  $90^\circ$  πραγματοποιήθηκαν πολυκυκλικές μετρήσεις, σε 64 σημεία πλέγματος  $8 \times 8$ . Το διάγραμμα πολυκυκλικής φόρτισης-αποφόρτισης (φορτίο συναρτήσει του χρόνου) φαίνεται στο **Σχήμα 4.21**.



**Σχήμα 4.21:** Διάγραμμα φορτίου-χρόνου πολυκυκλικής φόρτισης-αποφόρτισης

Στο δείγμα με προσανατολισμό ινών στις  $0^\circ$  πραγματοποιήθηκαν πολυκυκλικές μετρήσεις σε 36 σημεία της επιφάνειάς του. Στο **Σχήμα 4.22** επάνω αριστερά φαίνεται μία εικόνα SEM της επιφάνειας του δείγματος, στην οποία απεικονίζονται αριθμημένα τα σημεία των μετρήσεων.



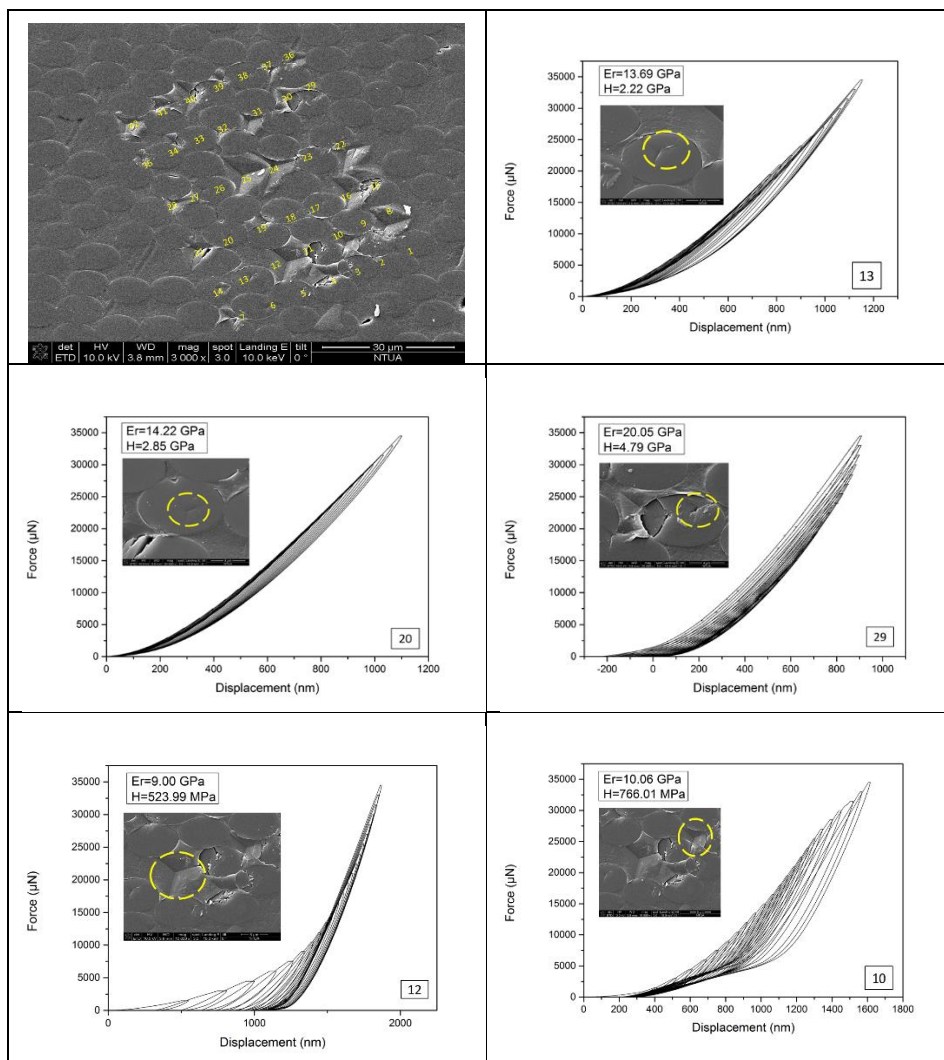
**Σχήμα 4.22:** Πολυκυκλικές μετρήσεις νανοδιείσδυσης με αυξανόμενο επιβαλλόμενο φορτίο από 1500 έως 34500  $\mu\text{N}$ , με βήμα 1500  $\mu\text{N}$  δείγματος με προσανατολισμό ινών  $0^\circ$ .

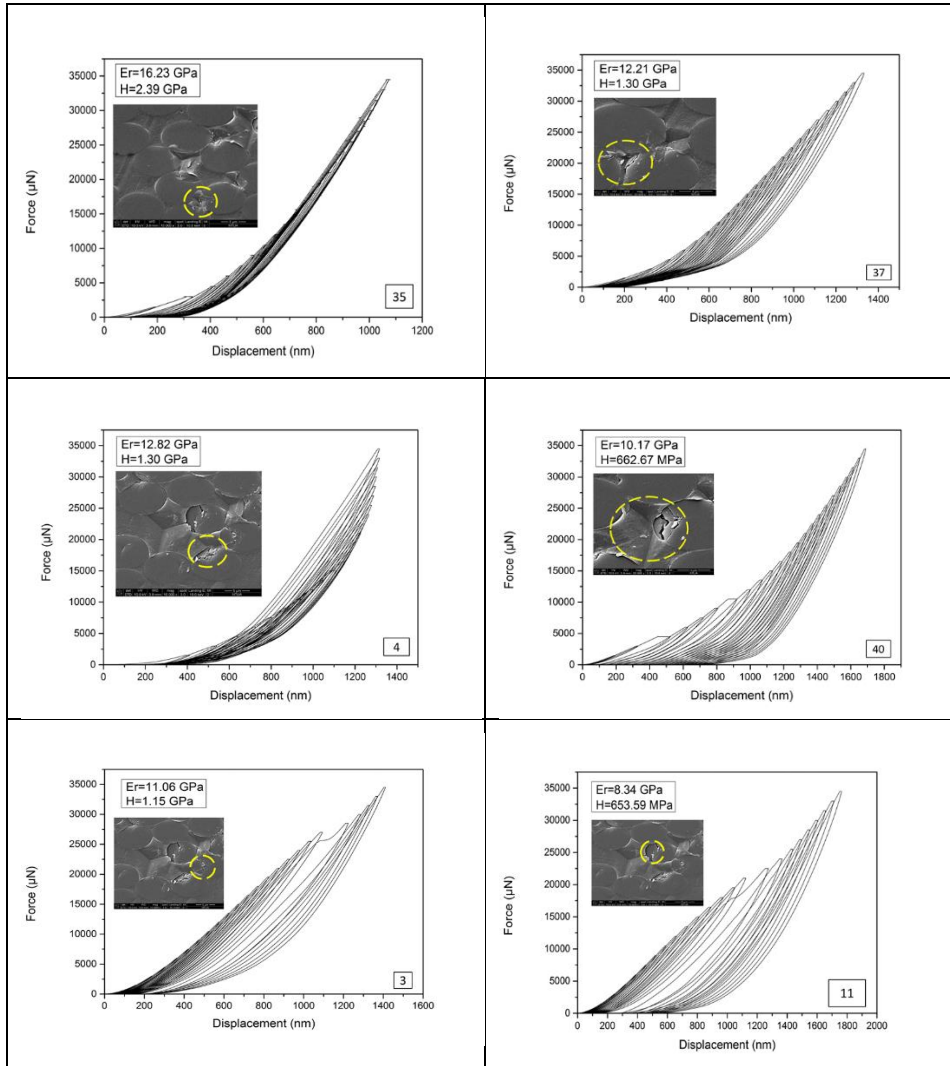
Στα διαγράμματα φορτίου-μετατόπισης παρουσιάζονται οι επαναλαμβανόμενες καμπύλες φόρτισης-αποφόρτισης των σημείων 3, 9, 25, 26, 31, 34 και 36 Η μέτρηση της καμπύλης 9 πραγματοποιήθηκε στη διεπιφάνεια ίνας-μήτρας, στην οποία παρατηρείται μετατόπιση του διεισδυτή έως και 1800 nm περίπου, κατά το μέγιστο φορτίο. Οι καμπύλες 3 και 34 έχουν την ίδια σχεδόν μορφή, δηλαδή στενή κατανομή των καμπυλών φόρτισης-αποφόρτισης και μετατόπιση του εντυπωτή έως και 1250 nm περίπου στο μέγιστο φορτίο. Οι καμπύλες αυτές αντιπροσωπεύουν μετρήσεις σε ίνα και οι τιμές του σχετικού μέτρου ελαστικότητας (περίπου 11.5 GPa) και της σκληρότητας (περίπου 2.4 GPa) είναι παρόμοιες. Στις καμπύλες 25 και 36, οι οποίες αντιπροσωπεύουν μετρήσεις σε μήτρα, τα διαγράμματα φόρτισης-αποφόρτισης είναι πιο αραιά σε σύγκριση με αυτών των μετρήσεων σε ίνα. Ακόμη, παρατηρείται διαφορετική μορφή μεταξύ των δυο διαγραμμάτων, διαφορετική μετατόπιση του διεισδυτή, η οποία φτάνει έως και 2200 nm και 1800 nm περίπου στα μέγιστα φορτία και υπολογίστηκαν διαφορετικές τιμές σκληρότητας. Η διαφοροποίηση αυτή οφείλεται στο διαφορετικό τοπικό περιβάλλον, καθώς και στο γεγονός ότι η μέτρηση στο σημείο 36, αρχικά πραγματοποιήθηκε σε περιοχή μήτρας και στη συνέχεια όσο ο εντυπωτής μετατοπιζόταν η μία πλευρά του ακουμπούσε περιοχή ίνας. Η μέτρηση της καμπύλης 26 λήφθηκε από διείδυση αρχικά σε ίνα και στη συνέχεια σε μήτρα, ενώ της καμπύλης 31 από διείδυση αρχικά σε μήτρα και στη συνέχεια σε ίνα, όπως παρατηρείται στο ένθετο (εικόνα SEM) των καμπυλών.

Στο δείγμα με προσανατολισμό ινών τις 45° πραγματοποιήθηκαν πολυκυκλικές μετρήσεις νανοδιείσδυσης στην επιφάνειά του ανεξαρτήτως του τοπικού περιεχομένου όγκου ινών που περιβάλλουν τη θέση μέτρησης, όπως φαίνονται στην εικόνα SEM του Σχήματος 4.23. Στο **Σχήμα 4.23** παρουσιάζονται, επίσης, ενδεικτικά διαγράμματα φορτίου-μετατόπισης. Η καμπύλη 13, 20 και 29 αντιπροσωπεύουν μετρήσεις σε ίνα και είναι εμφανείς οι υψηλές τιμές μέτρου ελαστικότητας και σκληρότητας. Ο τελευταίος κύκλος φόρτισης-αποφόρτισης των μετρήσεων 13 και 20 φτάνει σε μια μετατόπιση του διεισδυτή της τάξεως των 1200 nm περίπου, στο μέγιστο φορτίο, ενώ της 29 στα 1000 nm περίπου. Στο ένθετο (εικόνα SEM) της καμπύλης 29 παρατηρείται σχισμός της ίνας, γεγονός που επαληθεύεται και από τις υψηλότερες τιμές μέτρου ελαστικότητας και σκληρότητας, συγκριτικά με αυτές των μετρήσεων στα σημεία 13 και 20. Στις καμπύλες 10 και 12, οι οποίες αντιπροσωπεύουν μετρήσεις σε περιοχές μήτρας, υπολογίστηκαν διαφορετικές τιμές σκληρότητας και παρατηρούνται διαφορετικές μετατοπίσεις του εντυπωτή. Η διαφοροποίηση αυτή οφείλεται στο διαφορετικό τοπικό περιβάλλον και τη στοίβαξη των ινών-μήτρας. Η μικροδομή του δείγματος στα σημεία των μετρήσεων 35 και 37 είναι παρόμοια. Παρόλα αυτά το μέτρο ελαστικότητας και η σκληρότητα κατά τη μέτρηση 35 είναι υψηλότερα σε σχέση με της 37, διότι στο σημείο 35 οι ίνες είναι σε επαφή (πιο πυκνή διάταξη ινών) σε σχέση με τη μικροδομή του σημείου 37. Η μέτρηση της



καμπύλης 4 λήφθηκε από διείδυση αρχικά σε μήτρα και στη συνέχεια σε ίνα, όπως παρατηρείται στο ένθετο (εικόνα SEM). Οι καμπύλες 3, 11 και 40 ελήφθησαν από τη διεπιφάνεια ίνας-μήτρας και παρουσιάζουν pop-in event σε διαφορετικό φορτίο και διαφορετική μετατόπιση, λόγω της μικροδομής του δείγματος στα σημεία των μετρήσεων.

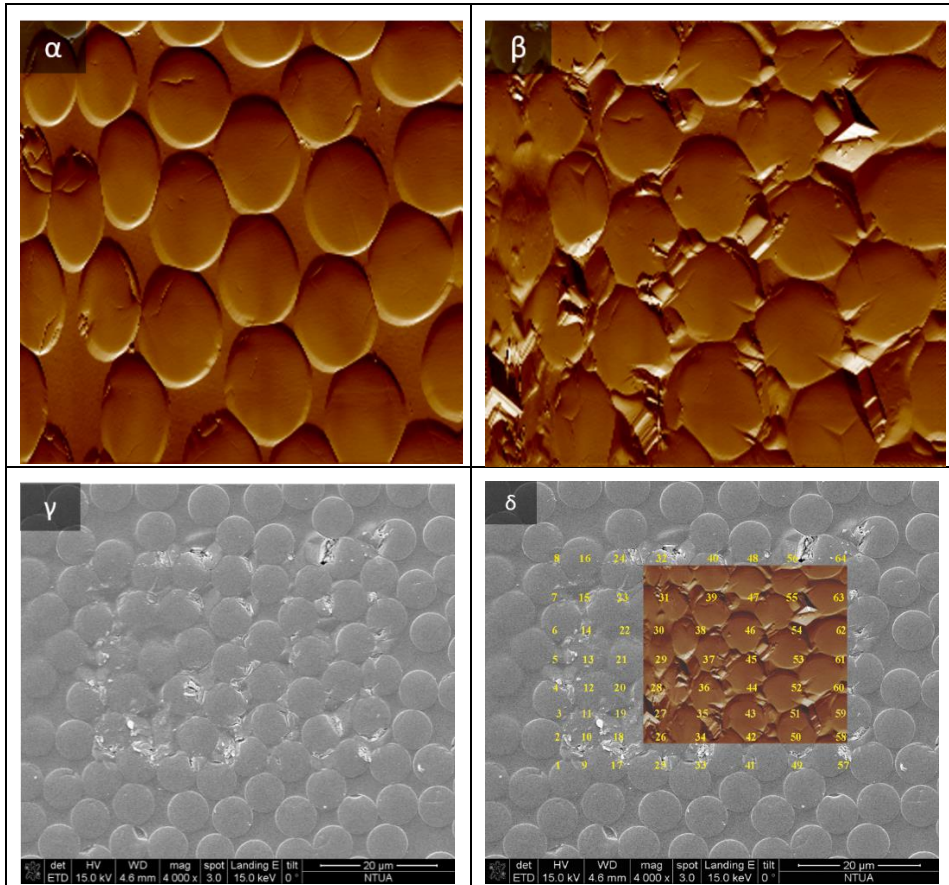




**Σχήμα 4.23:** Πολυκυκλικές μετρήσεις νανοδιείσδυσης με αυξανόμενο επιβαλλόμενο φορτίο από 1500 έως 34500 μN, με βήμα 1500 μN δείγματος με προσανατολισμό ιών 45°.

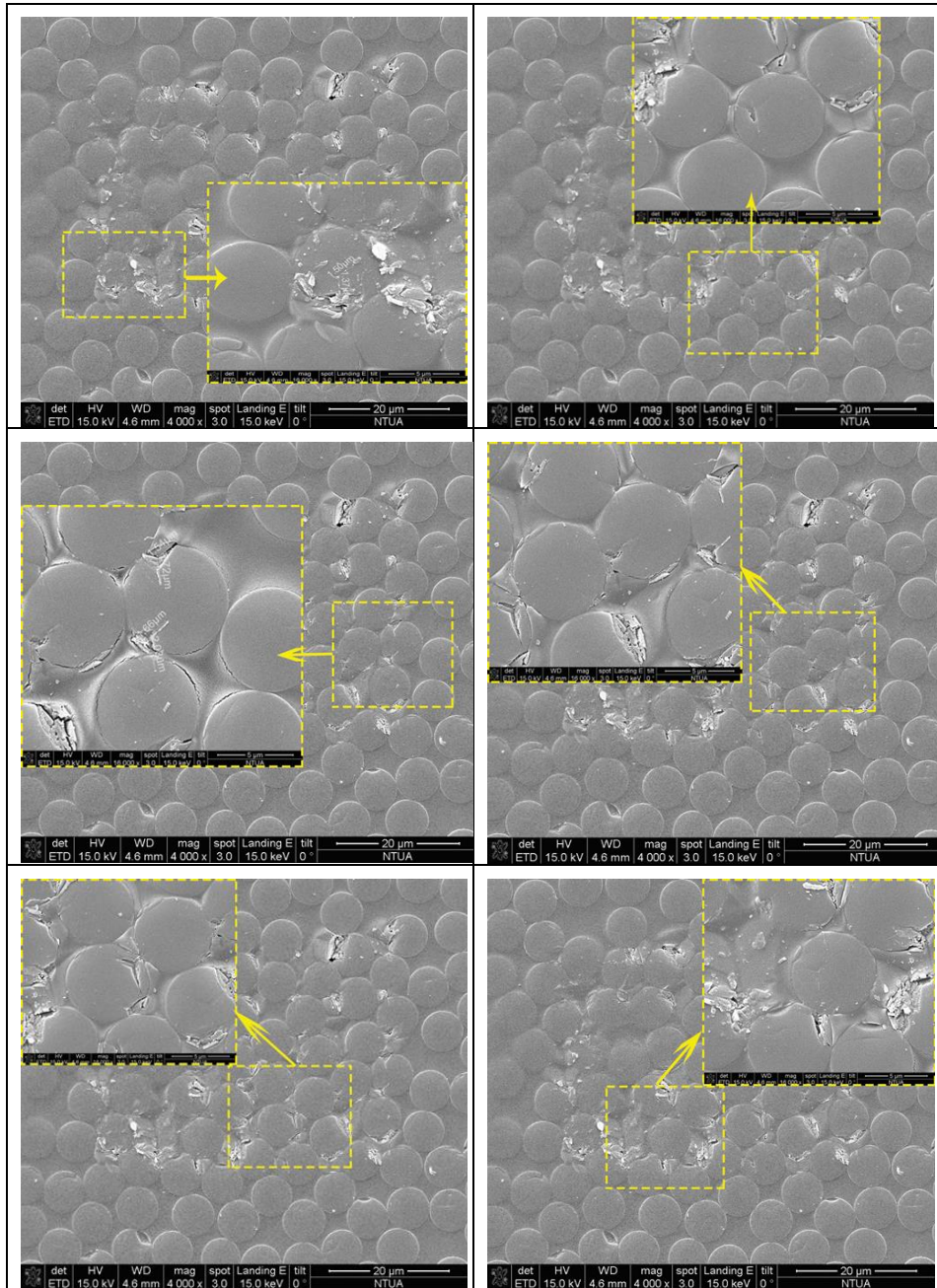
Στο παρακάτω σχήμα φαίνεται η μικροδομή του συνθέτου ιών άνθρακα-εποξικής ρητίνης, με προσανατολισμό ιών 90°, πριν και μετά τις μετρήσεις νανοδιείσδυσης. Στο **Σχήμα 4.24(α)** παρουσιάζεται μια εικόνα SPM του δείγματος πριν τις μετρήσεις, ενώ στο **Σχήμα 4.24(β)** μια εικόνα SPM μετά τις μετρήσεις, στην οποία είναι εμφανή τα αποτυπώματα μερικών εκ των μετρήσεων. Στο **Σχήμα 4.24(γ)** απεικονίζονται τα 64 αποτυπώματα των μετρήσεων, όπως αυτά λήφθηκαν από το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης και διακρίνεται το πλέγμα 8x8. Τέλος, στο **Σχήμα 4.24(δ)** φαίνεται η αρίθμηση των αποτυπωμάτων,

με τη σειρά που διεξήχθησαν οι μετρήσεις νανοδιείσδυσης και η αντιστοίχιση των αποτυπωμάτων της εικόνας SPM με της εικόνας SEM.



**Σχήμα 4.24:** Εικόνες SPM και SEM δείγματος με προσανατολισμό ινών  $90^\circ$  πριν και μετά τις μετρήσεις νανοδιείσδυσης με εμφανή το πλέγμα  $8 \times 8$ .

Στο **Σχήμα 4.25** απεικονίζονται τα αποτυπώματα των μετρήσεων νανοδιείσδυσης σε μεγέθυνση, σε έξι διαφορετικές περιοχές της επιφάνειας, στις οποίες είναι εμφανή τα αποτυπώματα σε περιοχή μήτρας, σε ίνα και στη διεπιφάνεια ίνας-μήτρας. Διακρίνονται οι μορφές της αστοχίας κατά τις μετρήσεις σε διαφορετικές περιοχές, όπου παρατηρείται σχισμός της ίνας, αποκόλληση της διεπιφάνειας ίνας-μήτρας και πλαστική παραμόρφωση της μήτρας.

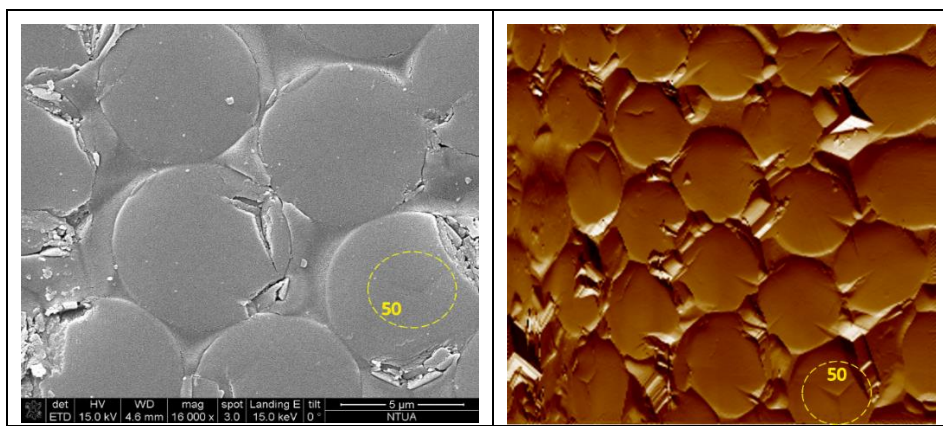


Σχήμα 4.25: Μεγεθύνσεις αποτυπωμάτων εικόνας SEM σε διαφορετικά σημεία.

Μια σειρά από πολυκυκλικές δοκιμές push-in με μέγιστο φορτίο 34500  $\mu\text{N}$  πραγματοποιήθηκε στο κέντρο των ινών. Η αστοχία της διεπιφάνειας ίνας-μήτρας κατά τη δοκιμή push-in χωρίζεται σε δύο στάδια. Στο πρώτο στάδιο, η μετατόπιση της ίνας αυξάνεται με το εφαρμοζόμενο φορτίο, στα πλαίσια της γραμμικής ελαστικότητας και στο δεύτερο στάδιο, η ίνα αρχίζει να ολισθαίνει

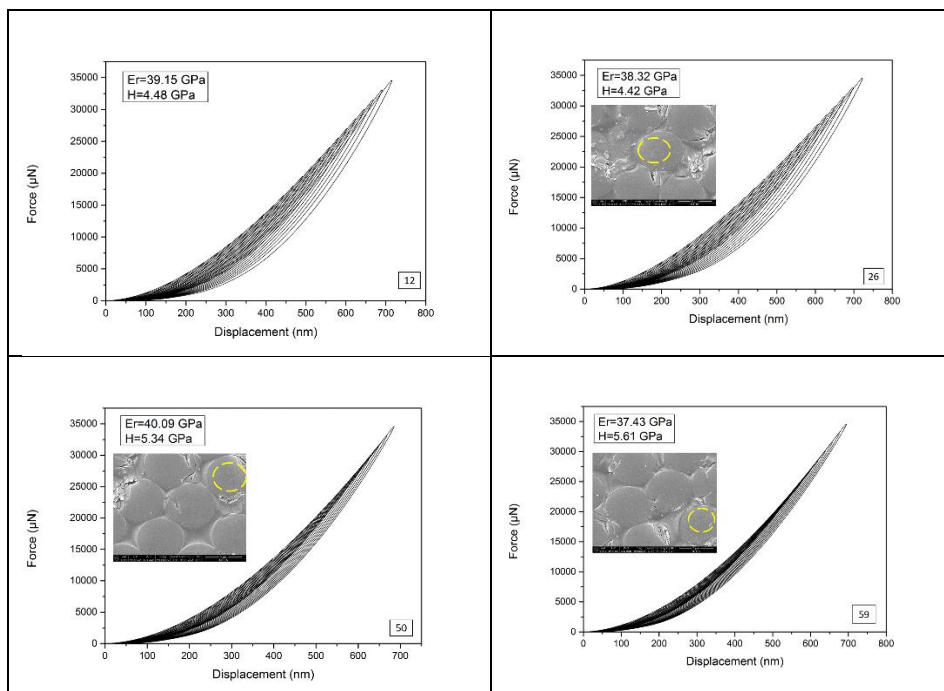
από τη μήτρα και η ρωγή αρχίζει να διαδίδεται στη διεπιφάνεια, μέχρι τη διεπιφανειακή αστοχία, στην οποία επιτυγχάνεται το μέγιστο φορτίο και η μέγιστη μετατόπιση κατά την αποκόλληση της ίνας.

Στο **Σχήμα 4.26** απεικονίζονται οι εικόνες SEM και SPM της επιφάνειας του δείγματος, στις οποίες φαίνεται το αποτύπωμα της 50<sup>ης</sup> μέτρησης (περιεχόμενο κύκλου με διακεκομμένες γραμμές), η οποία πραγματοποιήθηκε στο κέντρο της ίνας. Το σχήμα του εντυπωτή επιτρέπει την επιφανειακή φόρτιση στη διατομή των εξεταζόμενων ινών, διαμέτρου 7  $\mu\text{m}$  περίπου, χωρίς να αγγίζει την περιβάλλουσα μήτρα, κατά τη δοκιμή push-in.



**Σχήμα 4.26:** Εικόνες SEM και SPM με εμφανή το αποτύπωμα της 50<sup>ης</sup> μέτρησης.

Από το **Σχήμα 4.27** παρατηρείται ότι η μετατόπιση του εντυπωτή φτάνει περίπου στα 700 nm, στο μέγιστο επιβαλλόμενο φορτίο (τελευταίος κύκλος φόρτισης-αποφόρτισης) και στις τέσσερις μετρήσεις. Η μορφή των διαγραμμάτων είναι παρόμοια σε όλες τις μετρήσεις που πραγματοποιήθηκαν στο κέντρο της ίνας και οι τιμές του μέτρου ελαστικότητας και της σκληρότητας παρουσιάζουν μικρές αποκλίσεις μεταξύ τους, οδηγώντας στο συμπέρασμα ότι η μικροδομή του δείγματος δεν επηρεάζει τις μετρήσεις στο κέντρο της ίνας, καθώς, όπως φαίνεται από το **Σχήμα 4.24(δ)** η μικροδομή του δείγματος είναι διαφορετική σε κάθε μέτρηση.



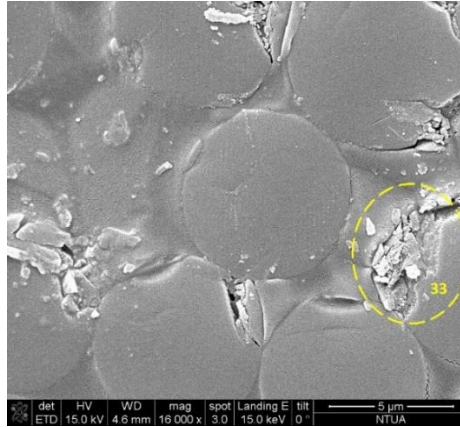
**Σχήμα 4.27:** Πολυκυκλικές μετρήσεις νανοδιείσδυσης με αυξανόμενο επιβαλλόμενο φορτίο από 1500 έως 34500  $\mu\text{N}$ , με βήμα 1500  $\mu\text{N}$  δείγματος με προσανατολισμό ινών  $90^\circ$ , στο κέντρο της ίνας.

Ο μέσος όρος του μέτρου ελαστικότητας των τεσσάρων μετρήσεων στο κέντρο της ίνας είναι 38.75 GPa και της σκληρότητας 4.96 GPa (**Πίνακας 4.1**).

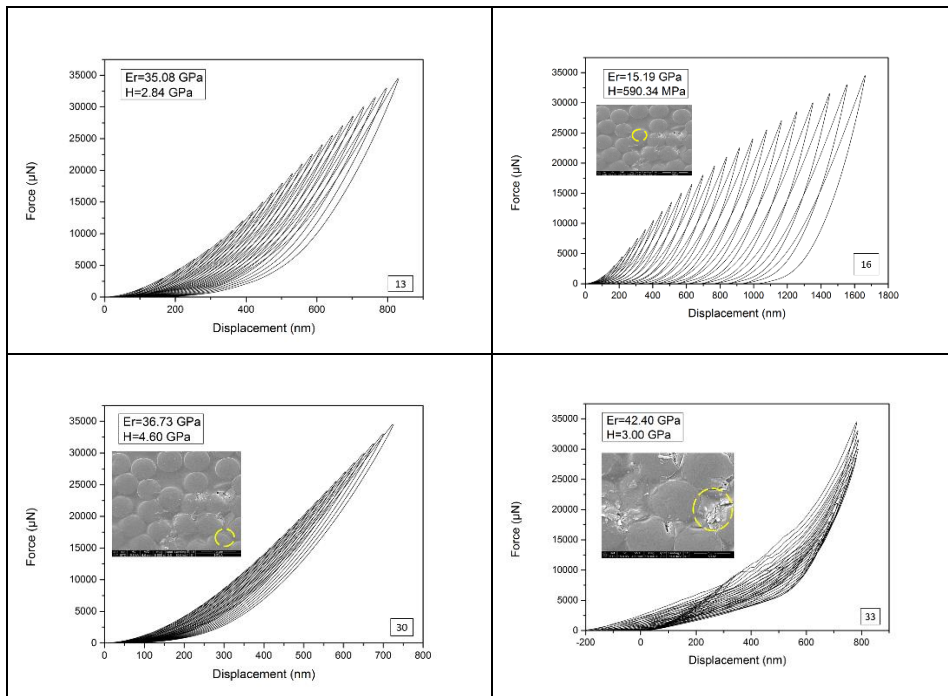
**Πίνακας 4.1:** Μέτρο ελαστικότητας και σκληρότητα των μετρήσεων στο κέντρο της ίνας.

Μέτρηση	12	26	50	59	M.O.
$E_r$ (GPa)	39.15	38.32	40.09	37.43	<b>38.75</b>
$H$ (GPa)	4.48	4.42	5.34	5.61	<b>4.96</b>

Στο **Σχήμα 4.28** απεικονίζεται το αποτύπωμα του εντυπωτή κατά τη 33<sup>η</sup> μέτρηση, όπως αυτό λήφθηκε από το οπτικό μικροσκόπιο σάρωσης, όπου διακρίνεται η θραύση της ίνας.



Σχήμα 4.28: Εικόνα SEM με εμφανή το αποτόπωμα της 33<sup>ης</sup> μέτρησης.

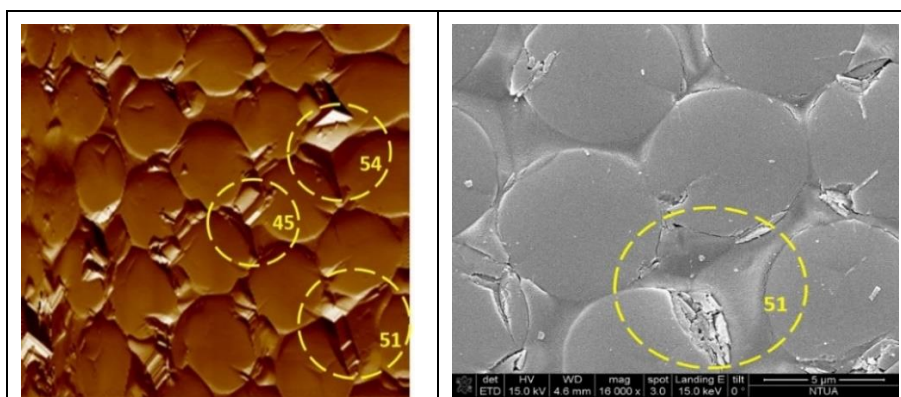


Σχήμα 4.29: Πολυκυκλικές μετρήσεις νανοδιείσδυσης με αυξανόμενο επιβαλλόμενο φορτίο από 1500 έως 34500  $\mu\text{N}$ , με βήμα 1500  $\mu\text{N}$  δείγματος με προσανατολισμό ινών  $90^\circ$ , στο άκρο της ίνας.

Στο Σχήμα 4.29 παρατίθενται τα διαγράμματα φορτίου-μετατόπισης των πολυκυκλικών μετρήσεων στο άκρο της ίνας. Στις καμπύλες των μετρήσεων 13, 30 και 33 η μετατόπιση του εντυπωτή, όταν το φορτίο είναι μέγιστο, φτάνει στα 800 nm περίπου και στις τρεις καμπύλες, ενώ το μέτρο ελαστικότητας και η

σκληρότητά τους παρουσιάζουν μικρή απόκλιση μεταξύ τους. Στο διάγραμμα 16 παρατηρείται μεγάλη μετατόπιση του εντυπωτή στο μέγιστο φορτίο (περίπου 1700 nm) και το μέτρο ελαστικότητας και η σκληρότητα αποκλίνουν από αυτά των μετρήσεων 13, 30 και 33. Η απόκλιση αυτή οφείλεται στη μικροδομή του δείγματος, όπου στη μικροδομή της μέτρησης 16 εμφανίζεται μεγάλη περιοχή μήτρας, η οποία περιβάλλει την προς μέτρηση ίνα, ενώ στις υπόλοιπες μετρήσεις η διάταξη των ινών είναι πιο πυκνή (**Σχήμα 4.24(δ)**). Οπότε, οι μετρήσεις στο άκρο μιας ίνας επηρεάζονται σημαντικά από την τοπική μικροδομή της περιοχής της μέτρησης.

Στο **Σχήμα 4.30** απεικονίζονται αποτυπώματα στη μήτρα του δείγματος, η οποία περιβάλλεται από ίνες. Τα “πακέτα” μήτρας είναι διαφορετικά σε κάθε μέτρηση. Στην εικόνα SPM φαίνονται τα αποτυπώματα των μετρήσεων 45, 51 και 54, στην οποία διαπιστώνεται ότι η περιοχή της μήτρας είναι διαφορετική για κάθε μέτρηση. Στην εικόνα SEM φαίνεται η θραύση του άκρου μιας εκ των περιβαλλουσών ινών κατά τη μέτρηση στη μήτρα.

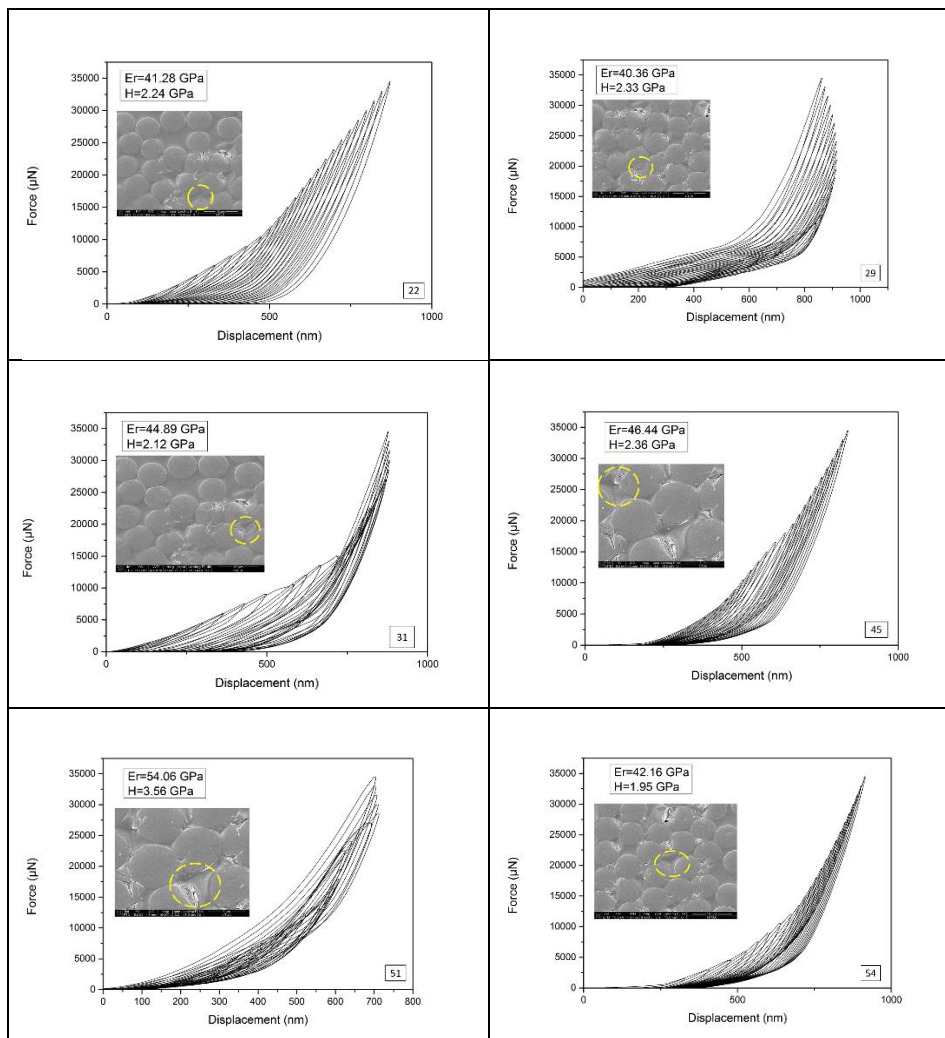


**Σχήμα 4.30:** Εικόνα SPM με εμφανή τα αποτυπώματα των 45, 51 και 54 μετρήσεων και εικόνα SEM με εμφανή το αποτύπωμα της 51<sup>ης</sup> μέτρησης.

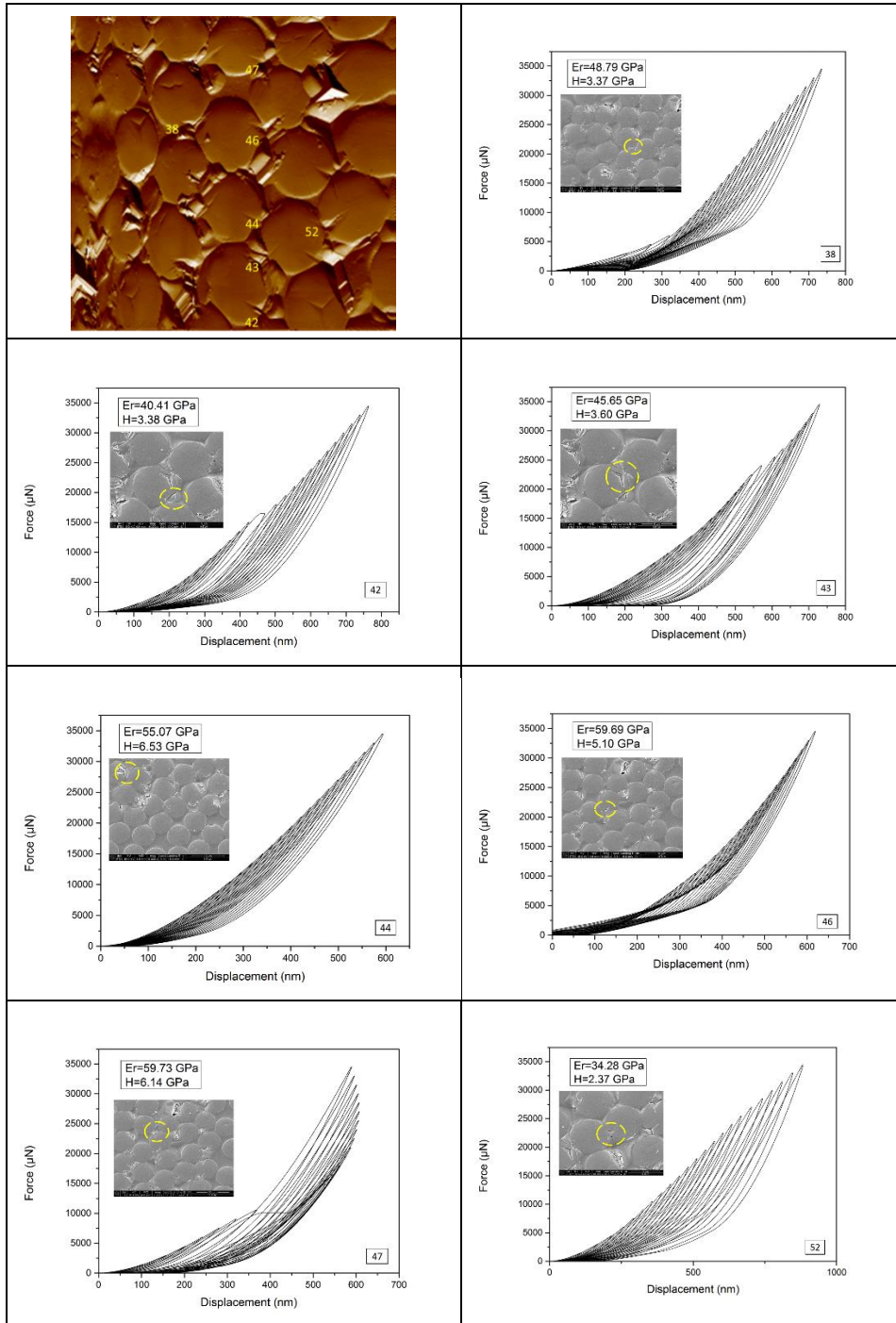
Τα διαγράμματα φορτίου-μετατόπισης των μετρήσεων 22, 29, 31 και 45 είναι παρόμοια, η μετατόπιση του εντυπωτή φτάνει μέχρι τα 900 nm περίπου, όταν το φορτίο είναι μέγιστο και δεν παρατηρούνται αποκλίσεις στις τιμές του μέτρου ελαστικότητας και της σκληρότητας τους. Ακόμη, η τοπική μικροδομή του δείγματος στις μετρήσεις αυτές είναι παρόμοια (**Σχήμα 4.24(δ)**). Κατά τις μετρήσεις 51 και 54 παρατηρούνται απόκλιση στις τιμές του μέτρου ελαστικότητας και της σκληρότητας, η οποία οφείλεται στην μεγαλύτερη περιοχή μήτρας που έχουν αυτά τα “πακέτα” μήτρας (**Σχήμα 4.30**). Ο Hardiman [6] (όπως αναφέρεται και παραπάνω) βρήκε ότι ο συντελεστής διείδυσης για διάφορα



“πακέτα” μήτρας αποκλίνει από την τιμή της καθαρής ρητίνης και διαπίστωσε ότι αυτή η αλλαγή στο μέτρο ελαστικότητας εξαρτάται από το μέγεθος του “πακέτου” της μήτρας και αυξάνεται έως και 19% σε σύγκριση με την τιμή της μήτρας. Επομένως, οι ανωτέρω παρατηρήσεις οδηγούν στο συμπέρασμα ότι η τοπική μικροδομή του δείγματος παίζει σημαντικό ρόλο κατά τη μέτρηση νανοδιείσδυσης σε περιοχή μήτρας.



**Σχήμα 4.31:** Πολυκυκλικές μετρήσεις νανοδιείσδυσης με αυξανόμενο επιβαλλόμενο φορτίο από 1500 έως 34500  $\mu\text{N}$ , με βήμα 1500  $\mu\text{N}$  δείγματος με προσανατολισμό ινών  $90^\circ$ , στη μήτρα.



**Σχήμα 4.32:** Πολυκυκλικές μετρήσεις νανοδιείσδυσης με αυξανόμενο επιβαλλόμενο φορτίο από 1500 έως 34500  $\mu\text{N}$ , με βήμα 1500  $\mu\text{N}$  δείγματος με προσανατολισμό ινών  $90^\circ$ , στη διεπιφάνεια ίνας-μήτρας.

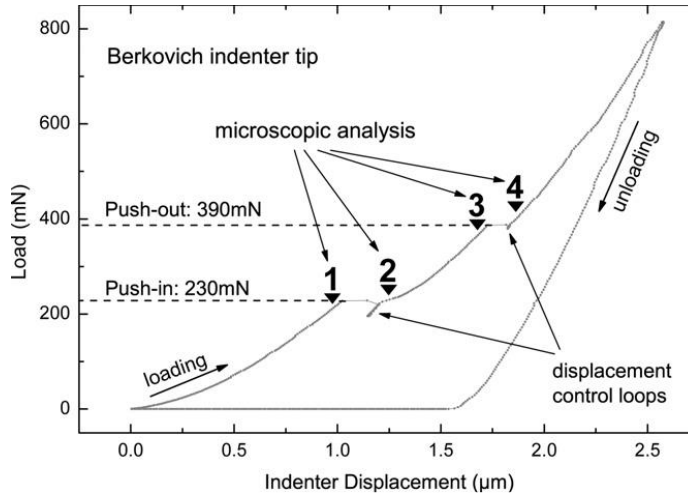
Στην Εικόνα SPM του **Σχήματος 4.32** (επάνω αριστερά) φαίνονται τα αποτυπώματα ορισμένων εκ των πολυκυκλικών μετρήσεων νανοδιείσδυσης (38, 42, 43, 44, 46, 47 και 52) στη διεπιφάνεια ίνας-μήτρας. Από τα διαγράμματα φορτίου-μετατόπισης των μετρήσεων αυτών παρατηρείται ότι η μορφή των καμπυλών είναι διαφορετική για την κάθε μέτρηση και οι τιμές του μέτρου ελαστικότητας και της σκληρότητας παρουσιάζουν μεγάλες αποκλίσεις μεταξύ τους. Ακόμη, παρατηρείται ότι η τοπική μικροδομή είναι διαφορετική για κάθε μέτρηση (Εικόνα SPM), οδηγώντας στο συμπέρασμα ότι η μικροδομή του δείγματος επηρεάζει σημαντικά τις μετρήσεις νανοδιείσδυσης στη διεπιφάνεια. Τέλος, από μετρήσεις στη διεπιφάνεια, έχουν προκύψει διαγράμματα φορτίου-μετατόπισης, τα οποία παρουσιάζουν σταθεροποίηση του φορτίου για ένα εύρος τιμών μετατοπίσεως (pop-in event), όπως παρουσιάζεται στο κεφάλαιο 4.3.5.6.

---

#### 4.3.5.1 Μελέτη περίπτωσης (Case study)

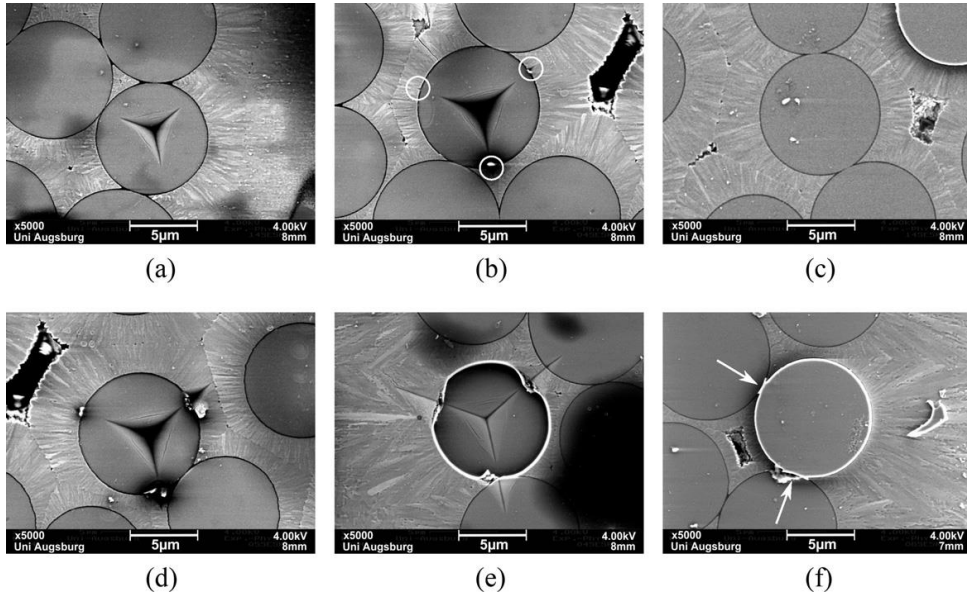
Οι Mueller και συνεργάτες [7] πραγματοποίησαν μικροσκοπική ανάλυση των δοκιμών push-out με ακίδα Berkovich, σε σύνθετα κεραμικής μήτρας και αξιολόγησαν τη διεπιφανειακή τους δυσθραυστότητα. Στο **Σχήμα 4.28** φαίνεται μία τυπική καμπύλη φορτίου-μετατοπίσεως μιας δοκιμής push-out που εκτελείται με ακίδα Berkovich. Η αρχική μετατόπιση του νανοδιείσδυτή (φόρτιση) οδηγεί σε αύξηση του φορτίου το οποίο ακολουθείται από σταθεροποίηση φορτίου στα 230 mN (pop-in), μια δεύτερη αύξηση του φορτίου μέχρι το δεύτερο pop-in, που επιτυγχάνεται στα 390 mN και την τελική αύξηση μέχρι το μέγιστο φορτίο. Η απομάκρυνση του εντυπωτή (αποφόρτιση) οδηγεί σε μείωση του φορτίου, φθάνοντας το μηδενικό φορτίο σε μια μετατόπιση στα 1,53  $\mu\text{m}$ .

Για μια λεπτομερή μικροσκοπική ανάλυση της προόδου της αστοχίας κατά τη δοκιμή push-out, οι μετρήσεις σταμάτησαν και έγινε αποφόρτιση σε διάφορα στάδια, τέσσερα από τα οποία σημειώνονται στο **Σχήμα 4.33**.



**Σχήμα 4.33:** Αντιπροσωπευτικό διάγραμμα φορτίου-μετατόπισης δοκιμής push-out που εκτελείται με ακίδα Berkovich. Τα στάδια στα οποία γίνονται οι μετρήσεις μικροσκοπικής ανάλυσης υποδεικνύονται με βέλη (1-4) [7].

Μετά τη διακοπή του πειράματος στο τέλος της πρώτης αύξησης της καμπύλης φορτίου-μετατόπισης (**Σχήμα 4.33**, σημείο 1), οι μικρογραφίες SEM της προστινής πλευράς του δείγματος (**Σχήμα 4.34 (α)**) δείχνουν ένα κεντραρισμένο αποτύπωμα της πυραμιδικής ακίδας στην ίνα. Το αποτύπωμα περιορίζεται στην εγκάρσια περιοχή της ίνας έτσι ώστε η επαφή μεταξύ του εντυπωτή και της περιβάλλουσας μήτρας να μπορεί να αποκλειστεί. Το βάθος του πυραμιδικού αποτυπώματος καθορίζεται από μετρήσεις AFM και ανέρχεται στα 150 nm. Δεν υπάρχει καμία παραμένουσα ισχώρηση (push-in) της ίνας σε σχέση με την περιβάλλουσα επιφάνεια του δείγματος και από τις έρευνες με AFM και SEM δεν βρέθηκε καμία ένδειξη εξωθήσεως (push-out) της ίνας στην πίσω πλευρά του δείγματος. Εκτός από την ανίχνευση της πλαστικής παραμόρφωσης της ίνας, έχει πραγματοποιηθεί και ελαστική παραμόρφωση κατά τη διάρκεια της αρχικής μετατόπισης του εντυπωτή, καθώς η μετατόπισή του, 1.0 μm (**Σχήμα 4.33**) υπερβαίνει το βάθος του αποτυπώματος (150 nm) με μεγάλη διαφορά. Καθώς η ίνα συνδέεται μηχανικά με την περιβάλλουσα μήτρα, η ελαστική παραμόρφωση λαμβάνει χώρα και στις ίνες και στη μήτρα. Η ανοδική κυρτότητα της καμπύλης φορτίου-μετατόπισης οφείλεται στο πυραμιδικό σχήμα της ακίδας, λόγω της αύξησης της προβλεπόμενης επιφάνειας επαφής μεταξύ του άκρου του εντυπωτή και του δείγματος κατά τη διάρκεια της φόρτισης.



**Σχήμα 4.34:** Ανάλυση SEM των επιφανειών του δείγματος μετά από διακοπή των δοκιμών push-out σε διάφορα στάδια. Η αρίθμηση των σταδίων φαίνεται στο Σχήμα 4.28. (a) σημείο 1, (b) σημείο 2, (c) στην πίσω πλευρά του δείγματος, σημείο 2, (d) σημείο 3, (e) σημείο 4, (f) στην πίσω πλευρά του δείγματος, σημείο 4 [7].

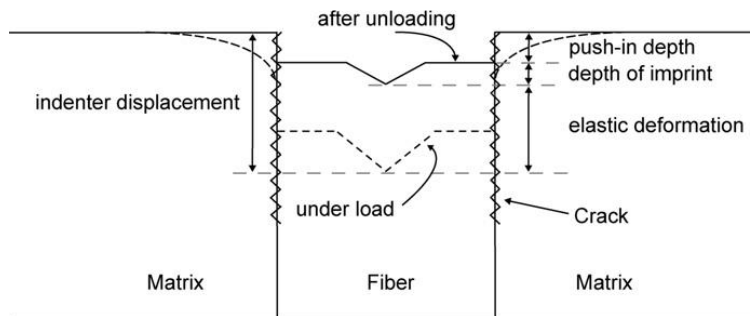
Με την αύξηση του φορτίου, η τάση στη διεπιφάνεια ίνας-μήτρας αυξάνεται και όταν η τοπική τάση στη διεπιφάνεια υπερβεί μια κρίσιμη τιμή, σχηματίζεται μια αρχική ρωγμή αποκόλλησης ίνας-μήτρας. Στα περισσότερα από τα πειράματα που χρησιμοποιείται ακίδα Berkovich, η έναρξη της ρωγμής δεν μπορεί να αποδοθεί σε ένα ορισμένο σημείο στο διάγραμμα φορτίου-μετατόπισης. Η έναρξη της ρωγμής προκαλεί μερική αποκόλληση και μηχανική αποδέσμευση των ιών και της μήτρας και κατά συνέπεια, υπάρχει μια ξαφνική μείωση του μέτρου ελαστικότητας του συστήματος ίνας-μήτρας, το οποίο οδηγεί σε ανισορροπία των δυνάμεων και, ως εκ τούτου σε μια απότομη μετατόπιση του εντυπωτή. Στην καμπύλη φορτίου-μετατόπισης, αυτό έχει σαν αποτέλεσμα μια συμπεριφορά σταθεροποίησης φορτίου (μεταξύ των σημείων 1 και 2 στο **Σχήμα 4.33**, στα 230 mN). Οι μικρογραφίες SEM των δειγμάτων από τις δοκιμές push-out που διακόπηκαν κατά τη διάρκεια του πρώτου pop-in επιβεβαιώνουν ότι η ακίδα έχει έρθει σε επαφή μόνο με την ίνα, και όχι με την ευρύτερη περιοχή της μήτρας.

Στην περίπτωση όπου η δοκιμή push-out διακόπηκε αμέσως μετά το πρώτο pop-in (**Σχήμα 4.33**, σημείο 2), η ανάλυση SEM αποκαλύπτει πλαστική παραμόρφωση στην ίνα και στη γειτονική μήτρα (**Σχήμα 4.34 (b)**) που προκύπτει

από την ακίδα Berkovich, αποδεικνύοντας ότι ξεκινώντας από το πρώτο pop-in, τόσο οι ίνες όσο και η μήτρα φορτίζονται απευθείας από την άκρη του εντυπωτή. Στην πίσω πλευρά του δείγματος, δεν παρατηρήθηκαν αποκλίσεις από την αρχική κατάσταση με SEM (Σχήμα 4.34 (c)) και AFM.

Περαιτέρω μετατόπιση του άκρου του διεισδυτή οδηγεί σε περαιτέρω αύξηση του φορτίου στο διάγραμμα φορτίου-μετατόπισης (Σχήμα 4.33, σημεία 2 και 3), η οποία προκαλείται από την αύξηση των πλαστικών και ελαστικών παραμορφώσεων των ινών και της μήτρας (Σχήμα 4.34 (d)).

Οι μετατοπίσεις της επιφάνειας των ινών απεικονίζονται στο Σχήμα 4.35. Κατά τη φόρτιση, η ίνα εισχωρεί στο δείγμα, λόγω των πλαστικών και ελαστικών παραμορφώσεων των ινών και της περιβάλλουσας μήτρας (διακεκομμένη γραμμή), όπου αντιστοιχεί στην μετατόπιση του εντυπωτή, όπως φαίνεται και στο διάγραμμα φορτίου-μετατόπισης (Σχήμα 4.33, σημείο 3: 1680 nm). Σε αυτήν τη μετατόπιση, η ρωγμή έχει ήδη διαδοθεί κατά μήκος της διεπιφάνειας, αλλά δεν έχει ακόμη φθάσει την πίσω πλευρά του δείγματος (Σχήμα 4.35, ζγκ-ζαγκ γραμμή). Μετά την αποφόρτιση του δείγματος, οι ελαστικές παραμορφώσεις χαλαρώνουν και απομένει ένα βάθος εκχώρησης (push-in). Οι δοκιμές push-out σε αυτό το στάδιο (Σχήμα 4.33, σημείο 3) αντιστοιχούν στις δοκιμές push-in, οι οποίες συνήθως εκτελούνται σε δείγματα με μεγαλύτερο πάχος.



**Σχήμα 4.35:** Σχηματική απεικόνιση των πλαστικών και ελαστικών παραμορφώσεων του δείγματος push-out στο σημείο 3. Η διακεκομμένη γραμμή σηματοδοτεί την θέση της επιφάνειας των ινών υπό φορτίο, ενώ η συνεχής γραμμή μετά την αποφόρτιση [7].

Όταν η ρωγμή φθάσει στην πίσω πλευρά, η ίνα και η μήτρα αποκολλώνται εντελώς και η συμπιεσμένη ίνα μπορεί να επεκταθεί προς την πίσω πλευρά του δείγματος. Η εξάλειψη της σύνδεσης ινών-μήτρας μαζί με μια μερική χαλάρωση της ίνας οδηγεί σε ανισορροπία των δυνάμεων και, ως εκ τούτου σε μια ξαφνική μετατόπιση του άκρου του εντυπωτή, η οποία προκαλεί το δεύτερο pop-in, όπως

φαίνεται στο διάγραμμα φορτίου-μετατόπισης, στα 390 mN (**Σχήμα 4.33**, μεταξύ των σημείων 3 και 4).

Τα πειράματα που σταμάτησαν αμέσως μετά το δεύτερο pop-in (σημείο 4), αποκαλύπτουν ότι η ίνα ωθείται σε μια απόσταση περίπου 790 nm με πυραμιδικό αποτύπωμα στα 260 nm. Εκτός από το πυραμιδικό αποτύπωμα, δεν παρατηρείται περαιτέρω βλάβη στην ίνα (**Σχήμα 4.34 (e)**). Στην πίσω πλευρά του δείγματος, η ίνα προεξέχει από την επιφάνεια (**Σχήμα 4.34 (f)**) αποδεικνύοντας ότι πραγματοποιείται εξώθηση της ίνας στο δεύτερο pop-in του διαγράμματος φορτίου-μετατόπισης.

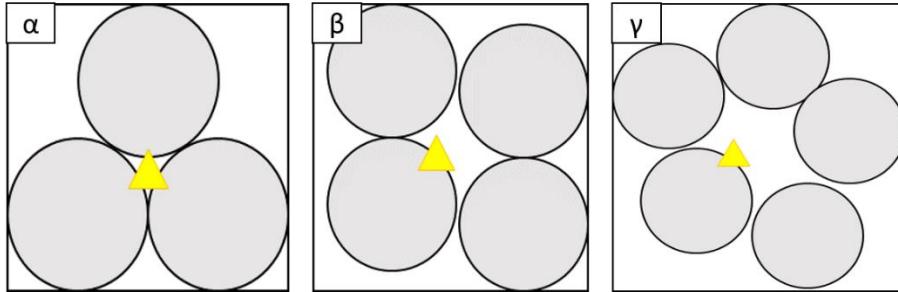
Μετά το pop-in, λαμβάνει χώρα μια άλλη αύξηση του φορτίου (**Σχήμα 4.34**, σημείο 4 έως το μέγιστο φορτίο) με κλίση παρόμοια με την κλίση μεταξύ των σημείων 2 και 3. Τα πειράματα επιβεβαιώνουν ότι το βάθος εξώθησης καθώς και το αποτύπωμα της μήτρας αυξάνεται, όταν η φόρτιση συνεχίζεται.

Συνοψίζοντας, οι καμπύλες φορτίου-μετατοπίσεως των δοκιμών push-out που πραγματοποιούνται με ακίδα Berkovich έδειξαν δύο έντονα pop-in: Το πρώτο μπορεί να αποδοθεί στην εκχώρηση της ίνας (push-in) και το δεύτερο στην εξώθηση της ίνας (push-out).

---

#### 4.3.5.2 «Pop-in events»

Από τα διαγράμματα φορτίου-μετατόπισης των πολυκυκλικών μετρήσεων νανοδιείσδυσης, που πραγματοποιήθηκαν στο συνθέτο ιών άνθρακα-εποξικής ρητίνης με προσανατολισμό ιών 90°, τυχαία σε όλη την επιφάνεια του δείγματος, παρατηρήθηκε ότι στην περιοχή κοντά στη διεπιφάνεια, εννοήθηκε η εμφάνιση «pop-in event». Τα pop-in παρατηρούνται σε διαφορετικούς κύκλους φόρτισης-αποφόρτισης, σε διαφορετικά φορτία, καθώς και σε διαφορετικές μετατοπίσεις του εντυπωτή. Η διαφοροποίηση αυτή οφείλεται στην τοπική μικροδομή του δείγματος κατά τη μέτρηση, δηλαδή την πυκνή ή αραιή στοίβαξη των ιών. Βάσει του **Σχήματος 4.24**, οι διαφοροποιήσεις των καμπυλών φορτίου-μετατόπισης μπορούν να κατηγοριοποιηθούν σε τρεις διαφορετικές τοπικές μικροδομές, που αντιστοιχούν σε τρεις διαφορετικές ομάδες pop-in. Στο **Σχήμα 4.36** δίνεται η σχηματική αναπαράσταση των μικροδομών αυτών, όπου στο σχήμα 4.31(α) παρατηρείται πυκνή στοίβαξη των ιών “Μικροδομή 1”, στη “Μικροδομή 2” παρατηρείται πιο αραιή στοίβαξη των ιών, ενώ η “Μικροδομή 3” αποτελείται από μεγαλύτερη περιοχή μήτρας.



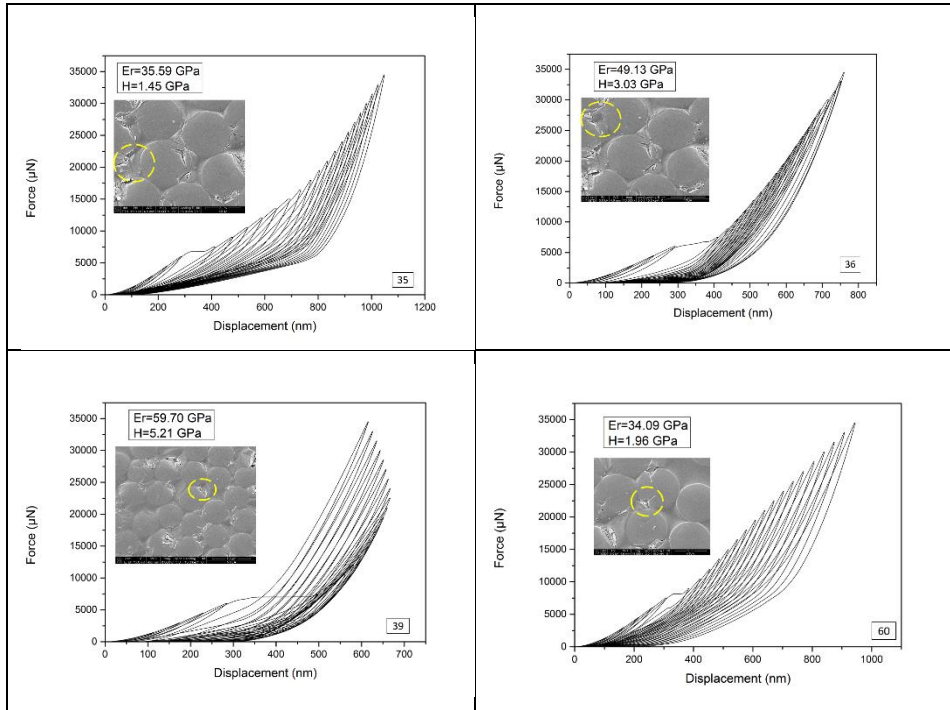
**Σχήμα 4.36:** Τοπικές μικροδομές στην επιφάνεια του δείγματος (α) Μικροδομή 1, (β) Μικροδομή 2 και (γ) Μικροδομή 3.

Στο **Σχήμα 4.37** φαίνονται τα διαγράμματα φορτίου-μετατόπισης, τα οποία λήφθηκαν από εντυπώσεις στη διεπιφάνεια ίνας-μήτρας με τοπική μικροδομή της επιφάνειας του δείγματος παρόμοια με αυτή της “Μικροδομής 1”, όπου είναι εμφανές το pop-in. Τα pop-in λαμβάνουν χώρα κατά τον πέμπτο κύκλο φόρτισης-αποφόρτισης, κατ’ εξαίρεση της εντύπωσης 60, που εμφανίστηκε στον έκτο κύκλο, στα 5500  $\mu\text{N}$  περίπου και σε ένα εύρος τιμών μετατοπίσεως από 250 έως 350 nm. Ακόμη, οι τιμές της σκληρότητας και του μέτρου ελαστικότητας, που υπολογίζονται από τον τελευταίο κύκλο είναι διαφορετικές μεταξύ τους.

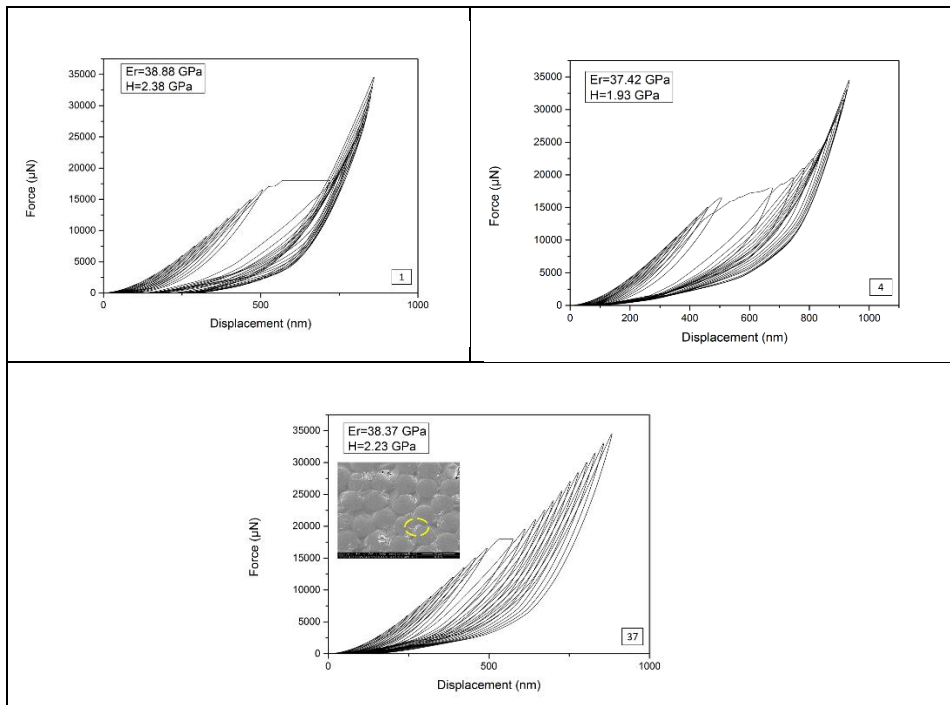
Από τα διαγράμματα της δεύτερης ομάδας pop-in (**Σχήμα 4.38**) παρατηρείται ότι το pop-in λαμβάνει χώρα στον 12<sup>ο</sup> κύκλο φόρτισης - αποφόρτισης, περίπου στα 16000  $\mu\text{N}$ , με ένα εύρος τιμών μετατόπισης να κυμαίνεται στα 500 nm. Οι τιμές της σκληρότητας και του μέτρου ελαστικότητας του τελευταίου κύκλου είναι παρόμοιες.

Στο **Σχήμα 4.39** δίνονται τα διαγράμματα φορτίου-μετατόπισης της τρίτης ομάδας pop-in (“Μικροδομή 3”). Κατά τις μετρήσεις 17 και 28 λαμβάνουν χώρα δύο pop-in, στον 15<sup>ο</sup> και 17<sup>ο</sup> κύκλο φόρτισης-αποφόρτισης και στον 14<sup>ο</sup> και 18<sup>ο</sup>, αντίστοιχα και οι τιμές του μέτρου ελαστικότητας και της σκληρότητας είναι παρόμοιες. Το πρώτο pop-in εμφανίζεται σε φορτίο 20000  $\mu\text{N}$  περίπου, ενώ το δεύτερο στα 23000  $\mu\text{N}$ . Στις υπόλοιπες μετρήσεις λαμβάνει χώρα ένα pop-in σε φορτίο 20000  $\mu\text{N}$  περίπου, στον 15<sup>ο</sup> κύκλο φόρτισης-αποφόρτισης στις μετρήσεις 32 και 36, στον 16<sup>ο</sup> κύκλο στη μέτρηση 61 και στον 18<sup>ο</sup> στη 56.

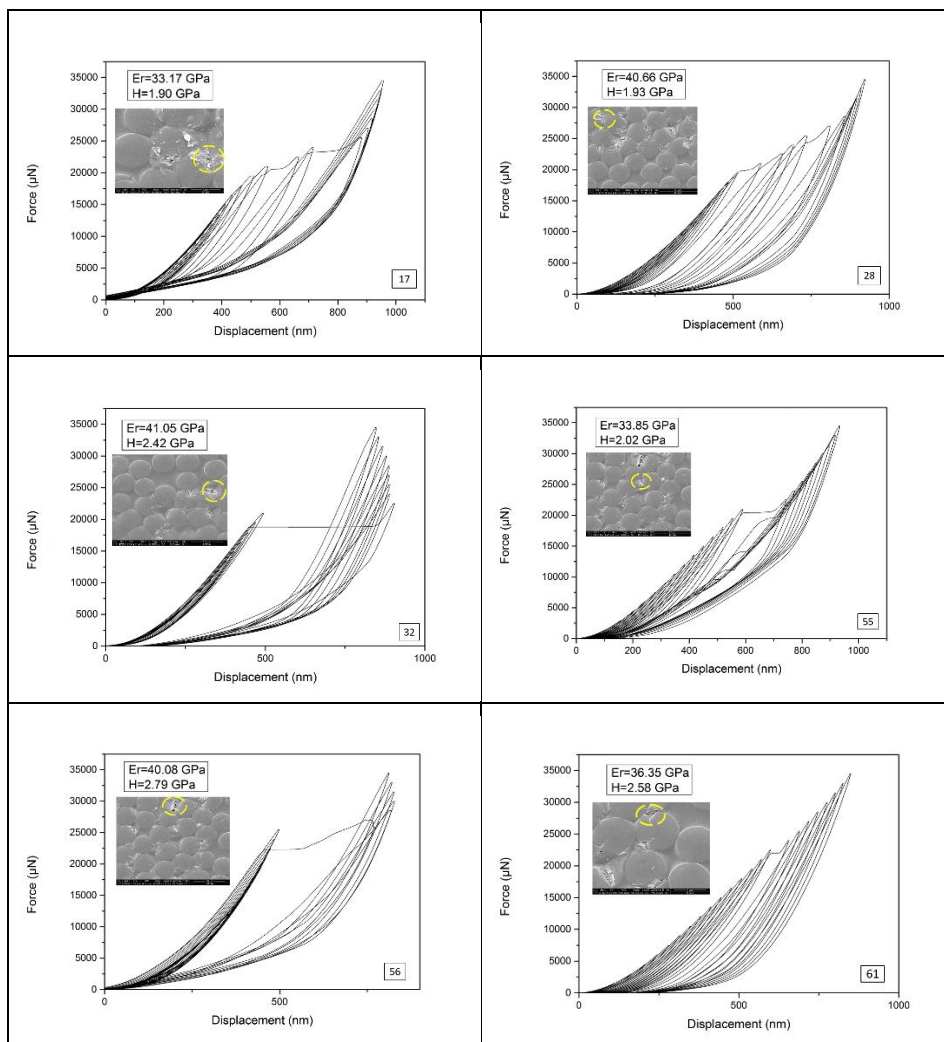




Σχήμα 4.37: Καμπύλες φορτίου-μετατόπισης “Μικροδομής 1”.



Σχήμα 4.38: Καμπύλες φορτίου-μετατόπισης “Μικροδομής 2”.



Σχήμα 4.39: Καμπύλες φορτίου-μετατόπισης “Μικροδομής 3”.

Από τα Σχήματα 4.37, 4.38 και 4.349, παρατηρείται ότι το pop-in εμφανίζεται σε χαμηλότερα φορτία κατά τις μετρήσεις στη “Μικροδομή 1” και σε υψηλότερα στη “Μικροδομή 3”. Όταν οι μετρήσεις γίνονται σε μικροδομή με πυκνή διάταξη ινών, η έναρξη της ρωγμής αρχίζει σε χαμηλότερα φορτία, ενώ όταν η διάταξη είναι πιο αραιή απαιτούνται μεγαλύτερα φορτία για να λάβει χώρα το pop-in, οδηγώντας στο συμπέρασμα ότι το φορτίο στο οποίο λαμβάνει χώρα το pop-in επηρεάζεται από την τοπική μικροδομή, στην οποία γίνεται η μέτρηση νανοδιείσδυσης. Αυτή η παρατήρηση είναι λογική, δεδομένου ότι όταν ο εντοπωτής διεισδύει σε μια μεγαλύτερη περιοχή μήτρας μπορεί να απορροφηθεί περισσότερη από την ενέργεια διείσδυσης μέσω της πλαστικής παραμόρφωσης της μήτρας μέχρι να αρχίσει η αποκόλληση της διεπιφάνειας ίνας-μήτρας. Ακόμη, παρατηρείται ότι στην πρώτη ομάδα το pop-in λαμβάνει χώρα στον 5°

κύκλο φόρτισης-αποφόρτισης, στη δεύτερη στον 12°, ενώ στην τρίτη στον 15°, 16° ή 18° ανάλογως τη μέτρηση.

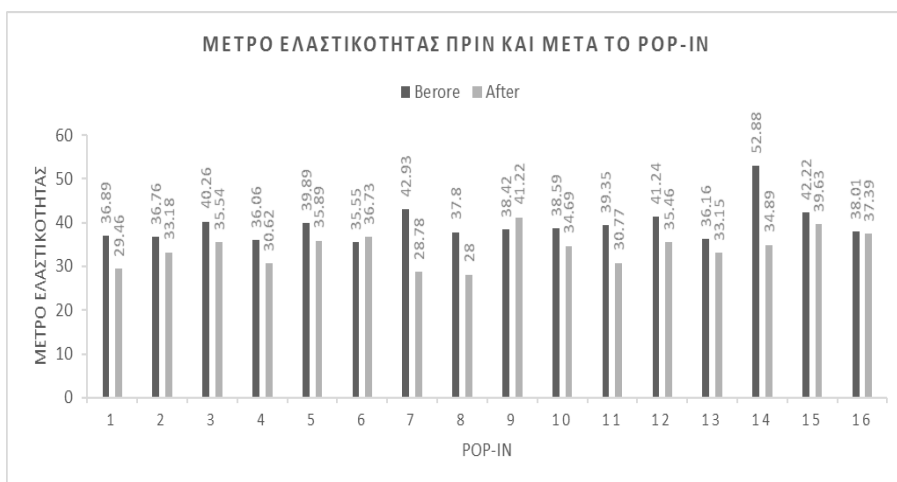
**Πίνακας 4.2:** Τιμές μέτρου ελαστικότητας και σκληρότητας και κύκλος πριν και μετά το pop-in για τις τρεις διαφορετικές τοπικές μικροδομές.

	Εντύπωση	Πριν το Pop-in			Μετά το Pop-in		
		<i>E<sub>r</sub></i> (GPa)	<i>H</i> (GPa)	Κύκλος	<i>E<sub>r</sub></i> (GPa)	<i>H</i> (GPa)	Κύκλος
Μικροδομή 1	35	37.8	4.63	4	28	2.39	5
	36	38.42	4.17	4	41.22	1.97	5
	39	39.35	4.59	4	30.77	1.31	5
	60	42.22	4.88	5	39.63	3.22	6
	<b>M.O.:</b>	39.45	4.57		34.9	2.22	
Μικροδομή 2	1	36.89	4.07	11	29.46	1.7	12
	4	36.76	4.06	11	33.18	1.92	12
	37	38.59	4.24	11	34.69	3.1	12
	<b>M.O.:</b>	37.41	4.12		32.44	2.24	
Μικροδομή 3	17	40.26	4.08	14	35.54	2.77	15
		36.06	2.43	16	30.62	1.59	17
	28	39.89	5.05	13	35.89	3.75	14
		35.55	2.46	17	36.73	2.01	18
	32	42.93	6.81	14	28.78	1.29	15
	55	36.16	3.72	14	33.15	2.05	15
	56	52.88	7.64	17	34.89	2.33	18
	61	38.01	3.84	15	37.39	3.15	16
	<b>M.O.:</b>	40.22	4.5		34.12	2.37	

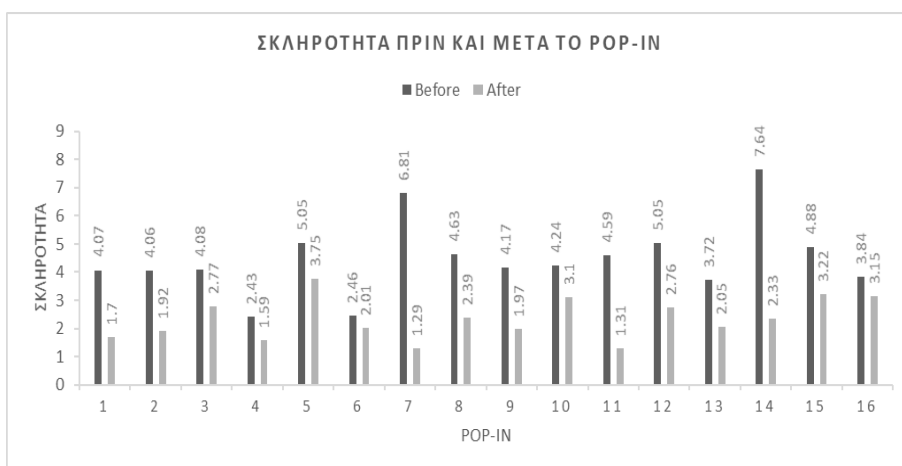
Στον **Πίνακα 4.2** παρουσιάζονται οι τιμές του μέτρου ελαστικότητας και σκληρότητας πριν και μετά το pop-in κατά τις εντυπώσεις στις τρεις διαφορετικές τοπικές μικροδομές του συνθέτου. Υπολογίστηκε ο μέσος όρος των τιμών μέτρου ελαστικότητας και σκληρότητας πριν και μετά το pop-in για κάθε μικροδομή και

παρατηρείται ότι οι τιμές είναι παρόμοιες και στις τρεις περιπτώσεις. Τέλος, στα **Σχήματα 4.40** και **4.41** απεικονίζονται το μέτρο ελαστικότητας και η σκληρότητα πριν και μετά το pop-in, που προέκυψαν από όλες τις μετρήσεις και των τριών μικροδομών. Παρατηρείται μείωση τόσο του μέτρου ελαστικότητας, όσο και της σκληρότητας σε όλες τις μετρήσεις μετά το pop-in, η οποία οφείλεται στη μερική αποκόλληση της ίνας με τη μήτρα.

Ο μέσος όρος του μέτρου ελαστικότητας, που υπολογίστηκε από τα pop-in όλων των μικροδομών, είναι 39.56 GPa πρίν το pop-in και 34.09 GPa μετά και ο μέσος όρος της σκληρότητας είναι 4.48 GPa πρίν το pop-in και 2.33 GPa μετά.

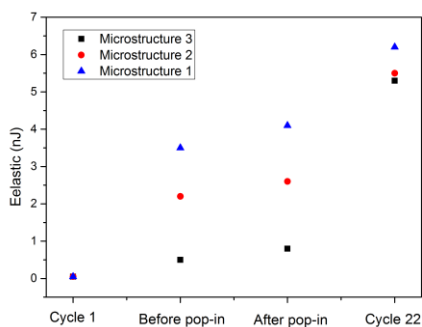


**Σχήμα 4.40:** Σύγκριση μέτρου ελαστικότητας πριν και μετά το pop-in των τριών διαφορετικών τοπικών μικροδομών.



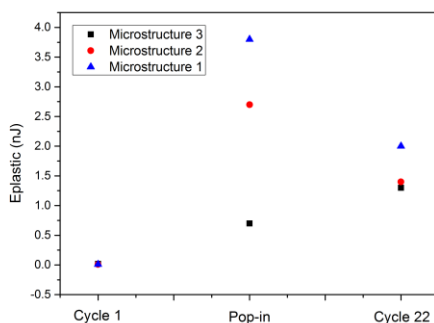
**Σχήμα 4.41:** Σύγκριση σκληρότητας πριν και μετά το pop-in των τριών διαφορετικών τοπικών μικροδομών.

Στο **Σχήμα 4.42** δίνονται οι τιμές της ελαστικής ενέργειας του πρώτου κύκλου φόρτισης-αποφόρτισης, πριν το pop-in, μετά το pop-in και του τελευταίου κύκλου, για κάθε μικροδομή ξεχωριστά. Οι τιμές κάθε σημείου του διαγράμματος υπολογίστηκαν από το μέσο όρο των εμβαδών των διαγράμματος φορτίου-μετατόπισης κατά την αποφόρτιση (στον 1<sup>ο</sup> κύκλο, πριν το pop-in, μετά το pop-in και στον 22<sup>ο</sup> κύκλο), για τις μετρήσεις νανοδιείσδυσης κάθε μικροδομής.



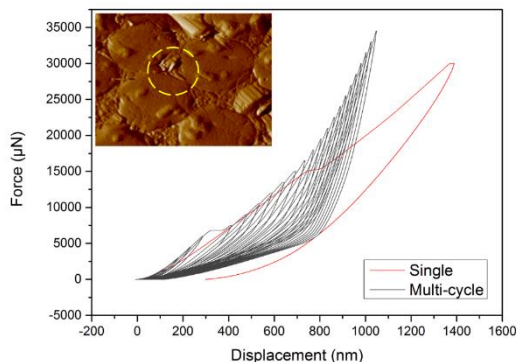
**Σχήμα 4.42:** Σύγκριση ελαστικής ενέργειας των τριών διαφορετικών τοπικών μικροδομών.

Οι τιμές της πλαστικής ενέργειας υπολογίστηκαν αφαιρώντας τις τιμές της ελαστικής ενέργειας από αυτές της ολικής ενέργειας (εμβαδόν καμπύλης φόρτισης). Στο **Σχήμα 4.43** απεικονίζονται οι τιμές της πλαστικής ενέργειας του πρώτου κύκλου φόρτισης-αποφόρτισης, του pop-in και του τελευταίου κύκλου, για κάθε μικροδομή ξεχωριστά. Παρατηρείται ότι τόσο οι τιμές της ελαστικής, όσο και της πλαστικής ενέργειας είναι υψηλότερες στη “Μικροδομή 1” και χαμηλότερες στη “Μικροδομή 3”.



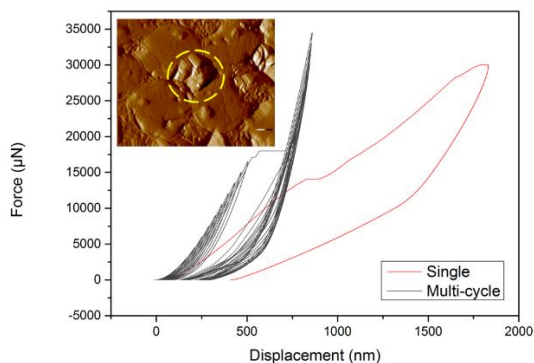
**Σχήμα 4.43:** Σύγκριση ελαστικής ενέργειας των τριών διαφορετικών τοπικών μικροδομών

Στα παρακάτω διαγράμματα φορτίου-μετατόπισης γίνεται σύγκριση της εμφάνισης pop-in στις μονοκυκλικές μετρήσεις με επιβαλλόμενο φορτίο 10000  $\mu\text{N}$  και στις πολυκυκλικές με αυξανόμενο επιβαλλόμενο φορτίο από 1500 έως 10000  $\mu\text{N}$ , με βήμα 500  $\mu\text{N}$ . Στη “Μικροδομή 1” παρατηρείται ότι η εμφάνιση του pop-in λαμβάνει χώρα σε υψηλότερα φορτία στα διαγράμματα φορτίου-μετατόπισης των μονοκυκλικών φορτίσεων σε σύγκριση με των πολυκυκλικών, όπου το pop-in εμφανίζεται σε χαμηλότερες τιμές φορτίου (**Σχήμα 4.44**).

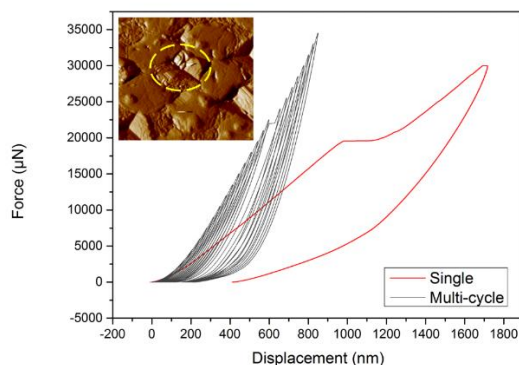


**Σχήμα 4.44:** Σύγκριση εμφάνισης pop-in στις πολυκυκλικές και μονοκυκλικές φορτίσεις της “Μικροδομής 1”

Στο **Σχήμα 4.45** φαίνεται ότι η εμφάνιση του pop-in, στη “Μικροδομή 2” λαμβάνει χώρα σε χαμηλότερα φορτία στα διαγράμματα φορτίου-μετατόπισης των μονοκυκλικών φορτίσεων σε σύγκριση με των πολυκυκλικών, όπου το pop-in εμφανίζεται σε υψηλότερες τιμές φορτίου.



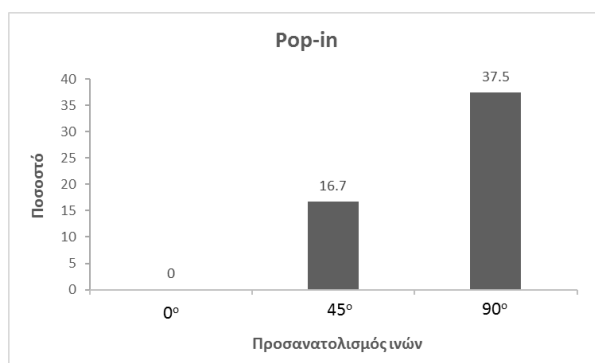
**Σχήμα 4.45:** Σύγκριση εμφάνισης pop-in στις πολυκυκλικές και μονοκυκλικές φορτίσεις της “Μικροδομής 2”.



**Σχήμα 4.46:** Σύγκριση εμφάνισης pop-in στις πολυκυκλικές και μονοκυκλικές φορτίσεις της “Μικροδομής 3”

Η εμφάνιση του pop-in στη “Μικροδομή 3” λαμβάνει χώρα σε σχετικά ίδιες τιμές φορτίου κατά τις μονοκυκλικές και τις πολυκυκλικές φορτίσεις. Παρατηρείται διαφοροποίηση του φορτίου και της μετατόπισης εμφάνισης του pop-in στις πολυκυκλικές από τις μονοκυκλικές στις ίδιες τοπικές μικροδομές.

Σε όλα τα δείγματα παρατηρήθηκε αποκόλληση της διεπιφάνειας ίνας-μήτρας, αλλά παρόλα αυτά δεν παρατηρήθηκε pop-in στο ίδιο ποσοστό. Στο **Σχήμα 4.47** παρουσιάζεται το ιστόγραμμα, στο οποίο γίνεται σύγκριση του ποσοστού εμφάνισης pop-in κατά την αποκόλληση της διεπιφάνειας των συνθέτων με προσανατολισμό ινών  $0^\circ$ ,  $45^\circ$  και  $90^\circ$ . Παρατηρείται ότι στο δείγμα με προσανατολισμό ινών  $90^\circ$  εμφανίζεται pop-in στο ένα τρίτο των διεισδύσεων (δηλαδή στο 37.5%), στο δείγμα  $45^\circ$  το pop-in εμφανίζεται στο 16.7% των διεισδύσεων, ενώ στο δείγμα  $0^\circ$  δεν παρατηρήθηκε καθόλου pop-in.



**Σχήμα 4.47:** Σύγκριση ποσοστού εμφάνισης pop-in κατά την αποκόλληση της διεπιφάνειας των συνθέτων με προσανατολισμό ινών  $0^\circ$ ,  $45^\circ$  και  $90^\circ$ .

#### 4.4 Συμπεράσματα

Στην παρούσα μελέτη διεξήχθησαν πειράματα νανοδιείσδυσης σε δείγματα συνθέτου ινών άνθρακα / εποξικής ρητίνης με προσανατολισμό ινών στις 0°, 45° και 90°. Τα πειράματα νανοδιείσδυσης πραγματοποιήθηκαν επιλεκτικά σε περιοχές ίνας, μήτρας και διεπιφάνειας ίνας / μήτρας, με μονοκυκλική και πολυκυκλική φόρτιση – αποφόρτιση. Στόχος της μελέτης ήταν η σύνδεση της τοπικής μικροδομής (στην περιοχή της διείσδυσης) με τον παρατηρούμενο μηχανισμό παραμόρφωσης, την προοδευτική βλάβη της διεπιφάνειας και την εκδήλωση ασταθούς ρωγμής (μορφή ασυνέχειας) υπό μονοκυκλική και πολυκυκλική φόρτιση – αποφόρτιση. Πιο συγκεκριμένα, η σύνδεση χαρακτηριστικών της τοπικής μικροδομής όπως η διάταξη των ινών, ο προσανατολισμός τους, η θέση της διείσδυσης ως προς τη διεπιφάνεια ίνας/μήτρας, με τη μορφή των καμπυλών φόρτισης-αποφόρτισης, τις μηχανικές ιδιότητες (χαρακτηριστικά μεγέθη Ε<sub>τ</sub>-σύνθετο μέτρο ελαστικότητας, Η-σκληρότητα), το μέγεθος ασυνέχειας τύπου pop-in και τον κύκλο εμφάνισης της ασυνέχειας. Από τα αποτελέσματα της μελέτης εξάγονται τα ακόλουθα συμπεράσματα:

- Η εφαρμογή κατάλληλου πρωτοκόλλου επιφανειακής επεξεργασίας με προσεκτική λείανση και στίλβωση είναι απαραίτητη, έτσι ώστε να περιοριστούν όσο το δυνατόν επιφανειακές ατέλειες και διεπιφανειακές τάσεις, οι οποίες προκαλούν διεπιφανειακή ρηγμάτωση κατά την προετοιμασία των δοκιμίων για δοκιμές νανοδιείσδυσης. Επίσης, να αναδειχθεί κατάλληλα η μορφολογία της επιφάνειας και η μικροδομή του συνθέτου.
- Από τη σύγκριση των αποτελεσμάτων των μονοκυκλικών μετρήσεων νανοδιείσδυσης, των συνθέτων με προσανατολισμό ινών 0°, 45° και 90° φαίνεται ότι το μέτρο ελαστικότητας και η σκληρότητα είναι υψηλότερα στο δείγμα με προσανατολισμό ινών 90°, επαληθεύοντας ότι οι μηχανικές ιδιότητες του συνθέτου είναι υψηλότερες στη διεύθυνση των ινών.
- Οι μορφές της αστοχίας που λαμβάνουν χώρα κατά τη δοκιμή της νανοδιείσδυσης είναι τρεις: 1) σχισμός / θραύση της ίνας, 2) αποκόλληση διεπιφάνειας ίνας / μήτρας, 3) αστοχία της μήτρας με εκτεταμένη πλαστική παραμόρφωση. Οι μορφές αυτές καθορίστηκαν από τα διαγράμματα φορτίου-μετατόπισης και από χαρακτηρισμό με μεθόδους μικροσκοπίας SEM και SPM μετά τη νανοδιείσδυση.
- Ακόμη, παρατηρείται «κόπωση» της διεπιφάνειας λόγω την κυκλικών επαναλήψεων φόρτισης-αποφόρτισης στην περιοχή των μικρών παραμορφώσεων.
- Η αστοχία της διεπιφάνειας ίνας-μήτρας κατά τις πολυκυκλικές δοκιμές push-in που πραγματοποιήθηκαν στο κέντρο των ινών χωρίζεται σε δύο στάδια. Στο πρώτο στάδιο, η μετατόπιση της ίνας αυξάνεται με το εφαρμοζόμενο φορτίο, στα πλαίσια της γραμμικής ελαστικότητας και στο δεύτερο στάδιο, η ίνα αρχίζει να ολισθαίνει από τη μήτρα και η



ρωγμή αρχίζει να διαδίδεται στη διεπιφάνεια, μέχρι τη διεπιφανειακή αστοχία, όπου επιτυγχάνεται το μέγιστο φορτίο της αποκόλλησης της ίνας και η μέγιστη μετατόπιση.

- Κατά τις μετρήσεις στο κέντρο της ίνας δεν παρατηρήθηκε αστοχία στην ίνα ή στη μήτρα στο σύνθετο (προσανατολισμός ινών  $0^\circ$ ,  $45^\circ$  και  $90^\circ$ ).
- Η αστοχία της ίνας εξαρτάται από τον προσανατολισμό των ινών. Στο σύνθετο με προσανατολισμό ινών  $90^\circ$  η αστοχία οφείλεται στη ρηγμάτωση/αποκόλληση της διεπιφάνειας και στις διαδοχικές θραύσεις της ίνας, στις  $45^\circ$  παρατηρήθηκε ρηγμάτωση της ίνας και αποκόλληση της διεπιφάνειας, ενώ στις  $0^\circ$  δεν παρατηρήθηκε αποκόλληση (δηλαδή pop-in).
- Από εντυπώσεις στη μήτρα παρατηρείται διαφοροποίηση στις τιμές σκληρότητας και μέτρου ελαστικότητας, στις μετατοπίσεις του εντυπωτή για παρόμοια φορτία, καθώς και στο μηχανισμό παραμόρφωσης. Η διαφοροποίηση αυτή οφείλεται στις μηχανικές ιδιότητες της μήτρας (χαμηλές σε σχέση με την ίνα), στο διαφορετικό τοπικό περιβάλλον και τη στοίβαξη των ινών-μήτρας.
- Από τις εντυπώσεις στη διεπιφάνεια ίνας-μήτρας παρατηρήθηκε ότι στην περιοχή κοντά στη διεπιφάνεια, ευνοήθηκε η εμφάνιση ασυνέχειας τύπου «pop-in». Τα pop-in παρατηρούνται σε διαφορετικούς κύκλους φόρτισης-αποφόρτισης, σε διαφορετικά φορτία, καθώς και σε διαφορετικές μετατοπίσεις του εντυπωτή. Η διαφοροποίηση αυτή οφείλεται στην τοπική μικροδομή του σημείου του δείγματος στο οποίο γίνεται η εντύπωση και μπορούν να εξαχθούν τρεις βασικές ομάδες pop-in events.
- Βάσει της τοπικής μικροδομής, η “Μικροδομή 1” αποτελείται από πυκνή στοίβαξη των ινών, στη “Μικροδομή 2” παρατηρείται πιο αραιή στοίβαξη των ινών, ενώ η “Μικροδομή 3” αποτελείται από μεγαλύτερη περιοχή μήτρας.
- Όταν οι μετρήσεις γίνονται σε μικροδομή με πυκνή διάταξη ινών (“Μικροδομή 1”), η έναρξη της ρωγμής αρχίζει σε χαμηλότερα φορτία, δηλαδή η εμφάνιση του pop-in, ενώ όταν η διάταξη είναι πιο αραιή απαιτούνται μεγαλύτερα φορτία για να λάβει χώρα το pop-in.
- Στην πρώτη ομάδα το pop-in λαμβάνει χώρα στον  $5^\circ$  κύκλο φόρτισης-αποφόρτισης, στη δεύτερη στον  $12^\circ$ , ενώ στην τρίτη στον  $17^\circ$ .
- Το pop-in παρατηρήθηκε κυρίως στις  $90^\circ$  και συνδέεται με τη ρηγμάτωση των ινών ή την αποκόλληση της διεπιφάνειας ίνας-μήτρας.
- Το pop-in σηματοδοτεί τη μετάβαση από την σχεδόν πλήρως ελαστική παραμόρφωση στην ελαστοπλαστική παραμόρφωση (σε πολυκυκλικές αλλά και μονοκυκλικές φορτίσεις) και οφείλεται στην προοδευτική τοπική αστοχία διεπιφάνειας ίνας-μήτρας που εκδηλώνεται με τη διάδοση ασταθούς ρωγμής.
- Το pop-in εμφανίζεται σε υψηλότερα φορτία στις μονοκυκλικές μετρήσεις σε σύγκριση με τις πολυκυκλικές.
- Παρατηρείται ότι σε όλες τις εντυπώσεις τόσο το μέτρο ελαστικότητας, όσο και η σκληρότητα του δείγματος εμφανίζουν υψηλότερες τιμές πριν το pop-in. Η μείωση του μέτρου ελαστικότητας και της σκληρότητας μετά το pop-in οφείλεται στη μερική αποκόλληση της ίνας με τη μήτρα.

- Οι τιμές της ελαστικής ενέργειας, αλλά και της πλαστικής στον πρώτο κύκλο φόρτισης-αποφόρτισης, στον κύκλο που εμφανίζεται το pop-in και στον τελευταίο κύκλο, είναι υψηλότερες στη “Μικροδομή 1” και χαμηλότερες στη “Μικροδομή 3”.

## BIBΛΙΟΓΡΑΦΙΑ

- [1] Desaeger M., and Verpoest I., On the Use of the Micro-Indentation Test Technique to Measure the Interfacial Shear Strength on Fibre-Reinforced Polymer Composites, *Composite Science and Technology*, Vol. 48, 1993, pp. 215-226.
- [2] Zhang X.G., Liu W.W., Chen Y., Qi F., Zhao D., and Wang Y.G., Pop-in characteristic induced by nanoindentation in ZrB<sub>2</sub>-SiC composites, *International Conference on Structural, Mechanical and Materials Engineering, ICSMME (2015)*
- [3] Bradby J.E., Williams J.S. and Swain M.V., Pop-in events induced by spherical indentation in compound semiconductors, *J. Mater. Res.*, Vol. 19, No. 1(2004)
- [4] Zhang Lifeng, Ren Chengzu, Zhou Changling, Xu Hongzhao, Jin Xinmin, Single fiber push-out characterization of interfacial mechanical properties in unidirectional CVI-C/SiC composites by the nano-indentation technique, *Applied Surface Science*, Volume 357, p. 1427-1433.
- [5] Hardiman M., Vaughan T.J., McCarthy C.T., The effect of fibre constraint in the nanoindentation of fibrous composite microstructures: a finite element investigation, *Computational Materials Science* 64(0):162–7(2012).
- [6] Hardiman M., Vaughan T.J., McCarthy C.T., Fibrous composite matrix characterisation using nanoindentation: The effect of fibre constraint and the evolution from bulk to in-situ matrix properties, *Composites: Part A* 68 296–303(2015).
- [7] Mueller W.M., Moosburger-Will J., Sause M.G.R., Horn S., Microscopic analysis of single-fiber push-out tests on ceramic matrix composites performed with Berkovich and flat-end indenter and evaluation of interfacial fracture toughness, *Journal of the European Ceramic Society* 33 441–451(2013).
- [8] Dragatogiannis D., Kavouras P., Batsouli D., and Charitidis C., Nanoindentation study of carbon fiber reinforced epoxy matrix composites and local deformation inhomogeneities, *ICEM17, In 17th International Conference on Experimental Mechanics, Rhodes, Greece, July 3-7 (2016)*.

## ΚΕΦΑΛΑΙΟ 5. Μελέτη αστοχίας διεπιφάνειας ίνας / μήτρας με τη μέθοδο πεπερασμένων στοιχείων

Τα περισσότερα προβλήματα στη φύση γενικότερα και στην επιστήμη της μηχανικής ειδικότερα, όπως στις κατασκευές, στην αεροναυπηγική, στην υδροδυναμική, στην τεχνολογία των υλικών, στην εδαφομηχανική κλπ., είτε δεν επιδέχονται αναλυτικές λύσεις, είτε δε μπορούν να προσεγγιστούν από εξισώσεις. Η αδυναμία επίλυσης των περισσότερων καλώς τοποθετημένων προβλημάτων από μαθηματικής άποψης, οφείλεται κυρίως στη μη γραμμικότητα των διαφορικών εξισώσεων που διέπουν-περιγράφουν αυτά τα φαινόμενα. Η μη γραμμικότητα των διαφορικών εξισώσεων οφείλεται στη μη γραμμική καταστατική εξίσωση υλικού και στις γεωμετρικές μη γραμμικότητες λόγω μεγάλων μετατοπίσεων. Για την επίλυση κάποιων προβλημάτων είναι δυνατό να καταφύγουμε σε απλοποιητικές παραδοχές ή απλοποιητικές θεωρίες όπως η αντοχή υλικών, η θεωρία πλακών κ.λπ., όπου όμως η κατασκευή γίνεται συνθετότερη και η δυνατότητα επίλυσης με τέτοιες θεωρήσεις περιορίζεται. Έτσι η αναγκαιότητα επίλυσης τέτοιων προβλημάτων οδήγησε στην ανάπτυξη νέων προσεγγιστικών μεθοδολογιών που βασίζονται κυρίως σε αριθμητικές μεθόδους. Η αριθμητική επίλυση αυτών των προβλημάτων διευκολύνθηκε και από τη ραγδαία εξέλιξη των ηλεκτρονικών υπολογιστών. Μια τέτοια αριθμητική μέθοδος είναι και η μέθοδος των πεπερασμένων στοιχείων (ΜΠΣ).

Η ΜΠΣ (Finite Element Method-FEM) αποτελεί ένα ισχυρό εργαλείο στη μελέτη των κατασκευών και βρίσκει μεγάλο αριθμό εφαρμογών. Μόλις το 1909 ο γερμανός μαθηματικός Ritz ανέπτυξε τις αρχές της μεθόδου των πεπερασμένων στοιχείων, η οποία αργότερα εμπλουτίστηκε από τους Galerkin και Hrenikoff. Το πεδίο της ανάλυσης μπορεί να χρησιμοποιηθεί, όχι μόνο στο (συμβατικό) ελαστικό πεδίο (θεωρία μικρών μετατοπίσεων), αλλά και για μη-γραμμικά προβλήματα, λυγισμό, δυναμική συμπεριφορά κ.α. Η μέθοδος χρησιμοποιείται γενικότερα σε προβλήματα που επιδέχονται μεταβολική διατύπωση στη μηχανική των συνεχών μέσων. Το χαρακτηριστικό της είναι η χρήση δισδιάστατων και τρισδιάστατων στοιχείων για την προσομοίωση συνεχών μέσων [1].

Η μέθοδος πεπερασμένων στοιχείων έχει τα εξής χαρακτηριστικά:

- Η ακρίβεια της μεθόδου αυξάνεται όταν αυξάνεται ο αριθμός των στοιχείων, ή καλύτερα, των κόμβων. Όσο αυξάνεται όμως ο αριθμός των στοιχείων, τόσο αυξάνονται ο υπολογιστικός χρόνος και το κόστος.

- Έχει την ικανότητα να αντιμετωπίζει ικανοποιητικά προβλήματα με περίπλοκα γεωμετρικά χαρακτηριστικά μέσω της δυνατότητας χρησιμοποίησης μη δομημένων υπολογιστικών πλεγμάτων (meshes).
- Τα μη δομημένα πλέγματα επιτρέπουν τοπική πυκνωση (ή αραιώση), με βάση διάφορα κριτήρια.

Τα στάδια χρήσης της μεθόδου, περιληπτικά, είναι τα εξής:

- Διακριτοποίηση του χώρου με τη χρήση στοιχείων πεπερασμένου μεγέθους, τα οποία δεν επικαλύπτονται, αλλά συνδέονται μεταξύ τους.
- Προσέγγιση του άγνωστου μεγέθους με τη χρήση απλών βασικών συναρτήσεων.
- Διατύπωση εξισώσεων για ένα οποιοδήποτε στοιχείο.
- Διαδικασία σύνδεσης όλων των στοιχείων του υπολογιστικού χώρου, η οποία οδηγεί στη δημιουργία του συστήματος εξισώσεων.
- Επίλυση του συστήματος εξισώσεων που προκύπτει [2].

Η μέθοδος των πεπερασμένων στοιχείων είναι ιδιαίτερα χρήσιμη διότι μπορεί και περιγράφει με σχετική ευκολία πολύπλοκα συστήματα, δίνει τη δυνατότητα πολλών συνδυασμών, όπως σύνθετες φορτίσεις, οποιεσδήποτε συνοριακές συνθήκες και γεωμετρίες, επιλύει προβλήματα με ασυνέχειες. Συγκεκριμένα στη **νανοδιείσδυση** δίνει τη δυνατότητα καλύτερης κατανόησης και ερμηνείας του φαινομένου και της πειραματικής διαδικασίας, την αντιμετώπιση δύσκολων δειγμάτων όπως τα σύνθετα ενισχυμένα με ίνες, την προσέγγιση πολύπλοκων προβλημάτων όπως η φθορά της ακίδας, την εξοικονόμηση πειραματικού υλικού και χρόνου. Ενδεικτικά αναφέρονται και παραπέμπονται αντίστοιχες δημοσιεύσεις:

- Υπολογισμός της επίδρασης της τοπικής μικροδομής στη δοκιμή push-in [3].
- Υπολογισμός των συναρτήσεων τάσεων, παραμορφώσεων του υλικού [4].
- Μοντελοποίηση συνεχούς βλάβης και ανάλυση προδευτικής αστοχίας συνθέτων ινών άνθρακα/εποξικής ρητίνης σε δοχεία πίεσης [5].
- Η ισχύς της μεθόδου Oliver - Pharr για εντυπωτές μη αξονικής συμμετρίας δεν έχει αποδειχθεί μαθηματικά. Ωστόσο, έχουν γίνει πολλές προσπάθειες προσαρμογής της μέσω κλασικών μεθόδων αριθμητικής ανάλυσης και, πιο πρόσφατα, πεπερασμένων στοιχείων (FEM), για πλήρως ελαστική επαφή [6].

- Η ακριβής κατανομή της πίεσης μετά από την πλαστική παραμόρφωση δεν είναι γνωστή, αλλά μπορεί να εκτιμηθεί με μεθόδους πεπερασμένων στοιχείων (FEM) [7].
- Η αλλαγή της κατανομής της πίεσης λόγω της πλαστικής παραμόρφωσης. Η παρατήρηση αυτή έχει επιβεβαιωθεί από υπολογισμούς με (FEM) [8].

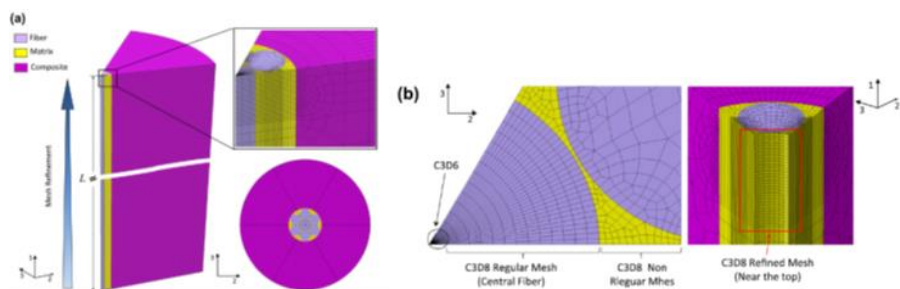
Το πιο σημαντικό βήμα στην ανάλυση με τη μέθοδο των πεπερασμένων στοιχείων (FEM analysis) είναι η μετατροπή του φυσικού προβλήματος σε μαθηματικό και η όσο το δυνατόν ακριβέστερη προσέγγιση-περιγραφή του. Η διαδικασία αυτή απαιτεί πρώτα την διακριτοποίηση του προβλήματος, δηλαδή την υποδιαίρεση σε κόμβους και στοιχεία, τον καθορισμό του τύπου των στοιχείων που χρησιμοποιούνται (element type) και την περιγραφή του τρόπου συμπεριφοράς των στοιχείων (material model). Στη συνέχεια καθορίζεται η γεωμετρία του προβλήματος, εφαρμόζονται οι συνοριακές συνθήκες, υπολογίζονται τα μητρώα ακαμψίας και τέλος επιλύονται οι εξισώσεις.

## 5.1 Βιβλιογραφική ανασκόπηση

Τα τελευταία χρόνια, ένα μεγάλο μέρος της έρευνας στον τομέα των συνθέτων υλικών έχει επικεντρωθεί στην ανάλυση της απόκρισης των φάσεων των συστατικών των συνθέτων και των διεπιφανειών τους με διάφορες συνθήκες φόρτισης. Ανάλυση αυτού του τύπου περιλαμβάνει την προσεκτική εξέταση της μικροδομής του συνθέτου υλικού, η οποία αφορά την παρατηρούμενη συμπεριφορά των μακροσκοπικών μηχανισμών αστοχίας. Για να διευκολυνθεί αυτό το είδος ανάλυσης, έχουν αναπτυχθεί μικρομηχανικά μοντέλα τα οποία μοντελοποιούν κάθε συστατικό ως ένα διακριτό υλικό και επιτρέπουν την κατανομή τάσεων, τη βλάβη και την ενδεχόμενη αστοχία του συνθέτου για να προσομοιωθεί στη μικροκλίμακα. Υπάρχουν πολλά παραδείγματα αυτής της τεχνικής μοντελοποίησης που εφαρμόζεται σε σύνθετα με ίνες. Τα μοντέλα αυτά παρέχουν πολύτιμες πληροφορίες για την αλληλεπίδραση μεταξύ των ινών και της μήτρας και επίσης την επίδραση των ιδιοτήτων των υλικών στη συνολική απόκριση των συνθέτων ενισχυμένων με ίνες.

Οι M Rodriguez και συνεργάτες [9] πραγματοποίησαν προσομοιώσεις με τρισδιάστατα πεπερασμένα στοιχεία προκειμένου να εξακριβωθεί η επίδραση των ιδιοτήτων της διεπιφάνειας ίνας-μήτρας (αντοχή, ανθεκτικότητα και

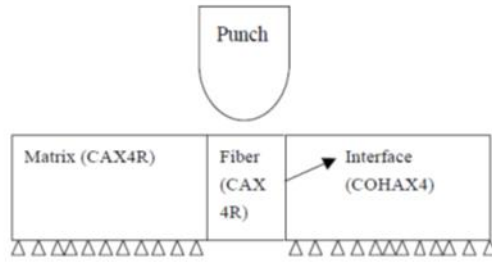
τριβή), η ελαστική ανισοτροπία των ινών και οι τάσεις στην ίνα κατά τη δοκιμή push-in. Η γεωμετρία του αριθμητικού μοντέλου που χρησιμοποιείται για την ανάλυση της δοκιμής πίεσης ίνας φαίνεται στο **Σχήμα 5.1(a)** και περιλαμβάνει την κεντρική ίνα διαμέτρου  $2r = 5 \mu\text{m}$ , η οποία περιβάλλεται από έξι ίνες σε μια εξαγωνική στοιβάξη ινών. Οι επτά ίνες που είναι ενσωματωμένες στο υλικό της μήτρας και αυτή της κεντρικής περιοχής περιβάλλονται από ένα δακτύλιο ενός ομοιογενούς μέσου, το οποίο αντιπροσωπεύει το σύνθετο. Θα πρέπει να σημειωθεί ότι η κεντρική ίνα δεν είναι σε επαφή με τους πλησιέστερους γείτονες (**Σχήμα 5.1(β)**).



**Σχήμα 5.1:** (a) Γεωμετρία του μοντέλου πεπερασμένων στοιχείων για την προσομοίωση δοκιμής push-in συνθέτου με εξαγωνική διάταξη ινών. (b) Λεπτομέρεια της διακριτοποίησης των πεπερασμένων στοιχείων γύρω από την κεντρική ίνα.

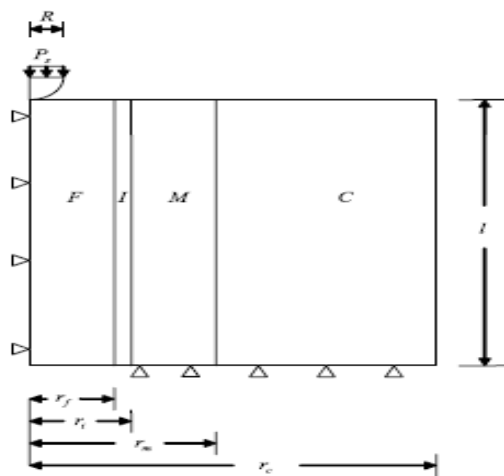
Οι M Hardiman και συνεργάτες [10] ανέλυσαν την περιοριστική επίδραση των περιβαλλουσών ινών για τη δοκιμή διεύθυνσης της μήτρας με τη χρήση μοντέλων τρισδιάστατων πεπερασμένων στοιχείων. Το υλικό που προσομοιώθηκε ήταν το HTA/6376, ένα υψηλής αντοχής πολυμερές ενισχυμένο με ίνες άνθρακα (CFRP). Αυτό το υλικό έχει υψηλό κλάσμα όγκου ινών σχεδόν 60% και ως εκ τούτου αποτελεί πρόκληση κατά την προσπάθεια προσδιορισμού των ιδιοτήτων της μήτρας, λόγω της έλλειψης των διατάξεων με αρκετά μεγάλη περιοχή μήτρας, έτσι ώστε να θεωρηθεί ότι η περιοχή της μήτρας δεν περιορίζεται από τις περιβάλλουσες ίνες.

Οι Xi Li και συνεργάτες [11] προσομοίωσαν τη διεπιφάνεια των συνθέτων ενισχυμένων με ίνες άνθρακα με συνεκτικά στοιχεία (cohesive elements) στο λογισμικό ABAQUS. Το μοντέλο FEM αποτελείται από ίνες άνθρακα, εποξική μήτρα, και διεπιφάνεια, όπως φαίνεται στο **Σχήμα 5.2**.



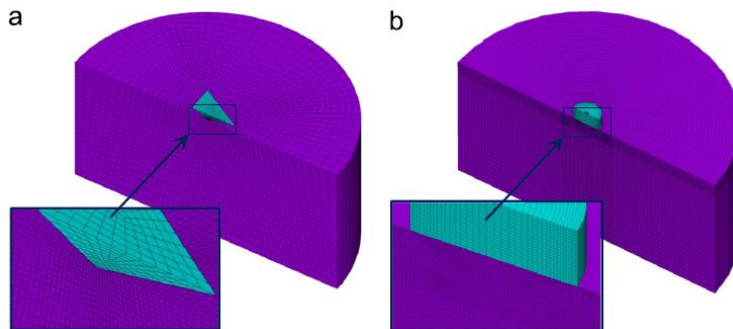
Σχήμα 5.2: Μοντέλο FEM.

Οι Sri Harsha Garapati και συνεργάτες [12] ανέπτυξαν ένα αξονοσυμμετρικό μοντέλο (Σχήμα 5.3) στο εμπορικό λογισμικό πεπερασμένων στοιχείων ANSYS με ομογενείς ιδιότητες των ινών, της μήτρα και του συνθέτου. Το μοντέλο νανοδιείσδυσης των ινών έχει αναπτυχθεί για σύνθετα πολυμερικής μήτρας με μη-ομογενή διεπιφάνεια. Χρησιμοποιώντας το σχεδιασμό των πειραμάτων, μελετώνται οι επιδράσεις των παραμέτρων της γεωμετρίας, της φόρτισης και των υλικών σχετικά με τις κρίσιμες παραμέτρους της δοκιμής διείσδυσης, όπως η καμπύλη φορτίου-μετατόπισης, η μέγιστη διεπιφανειακή διάτμηση και οι κύριες τάσεις. Το μοντέλο διακριτοποιείται με ισοπαραμετρικά στοιχεία 4-κόμβων (PLANE 182). Η επαφή μεταξύ της ίνας και της διεπιφάνειας, της διεπιφάνειας και της μήτρας, και της μήτρα και του συνθέτου μοντελοποιείται ως μια σύνδεση επαφής χρησιμοποιώντας τα στοιχεία επαφής (CONTA 171 και TARGET 169) της βιβλιοθήκης των στοιχείων του ANSYS.



Σχήμα 5.3: Σχηματικό διάγραμμα της δοκιμής διείσδυσης ενός μοντέλου συνθέτου ινών-διεπιφάνειας-μήτρας.

Οι Zhong Hu και συνεργάτες [13] ανέπτυξαν στερεά μοντέλα νανοδιείσδυσης και διεξήχθησαν υπολογιστικά μοντέλα που βασίζονται στην ανάλυση πεπερασμένων στοιχείων για την εύρεση των επιπτώσεων του βάθους διείσδυσης, της αντοχής διαρροής και της παραμόρφωσης στο γράφημα φορτίου-μετατόπισης, λαμβάνοντας υπόψη τις επιπτώσεις της τριβής στη νανοδιείσδυση. Στη μελέτη αυτή χρησιμοποιήθηκε το ANSYS. Για τη μοντελοποίηση του εντυπωτή (ακίδας Berkovich) και του δείγματος χρησιμοποιήθηκε ένα 3-D ομογενές δομικό στερεό στοιχείο SOLID185, ενώ για τη μοντελοποίηση του εντυπωτή (κυλινδρικής επίπεδης ακίδας) και του δείγματος ένα 2-D ομογενές αξονοσυμμετρικό δομικό στοιχείο PLANE182. Για τη μοντελοποίηση της επαφής μεταξύ της επιφάνειας της ακίδας του εντυπωτή και της επιφάνειας του δείγματος, χρησιμοποιήθηκε ένα μοντέλο επαφής επιφανείας-επιφανείας (surface-to-surface) για το 3-D μοντέλο της ακίδας Berkovich, στην οποία χρησιμοποιήθηκαν τα στοιχεία TARGET170 και CONTA173. Στην περίπτωση του αξονοσυμμετρικού μοντέλου με κυλινδρική επίπεδη ακίδα χρησιμοποιήθηκαν τα στοιχεία TARGET 169 και CONTA171. Τα μοντέλα διακριτοποιήθηκαν, όπως φαίνεται στο **Σχήμα 5.4**.

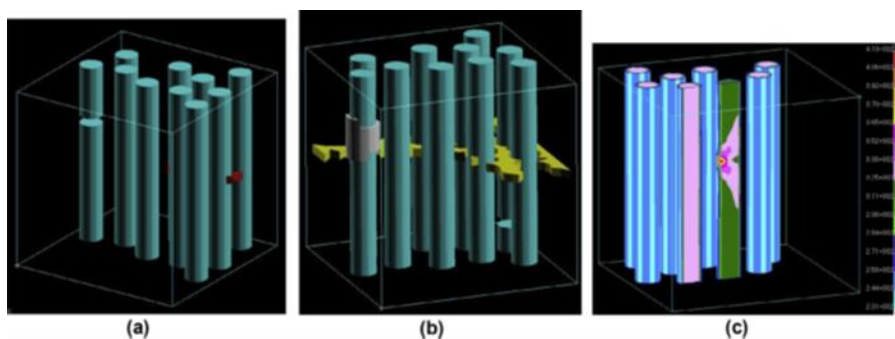


**Σχήμα 5.4:** Διακριτοποίηση τρισδιάστατου μοντέλου νανοδιείσδυσης (α) με ακίδα Berkovich και (β) κυλινδρική επίπεδη ακίδα.

Ο Leon Mishnaevsky Jr. [14] πραγματοποίησε μια σειρά από υπολογιστικές μελέτες προκειμένου να αναλυθεί ο ρόλος των διεπιφανειών και των μηχανισμών υποβάθμισης των συνθέτων. Στις αριθμητικές μελέτες, παρατηρήθηκε ότι η εμφάνιση των ρωγμών στη διεπιφάνεια υπό εφελκυστικό φορτίο λαμβάνει χώρα συχνά μετά τη φόρτιση (κατά την αποφόρτιση) και έχει ως αποτέλεσμα τη ρωγμάτωση της ίνας. Αν όμως η διεπιφάνεια είναι ασθενής, η βλάβη της διεπιφάνειας αρχίζει πολύ νωρίτερα από τη ρωγμάτωση των ιών και μπορεί να επιταχυνθεί λόγω των ατελειών της μήτρας. Από την άλλη πλευρά, αν η διεπιφάνεια έχει ατέλειες από την κατασκευή του συνθέτου,



μπορεί να οδηγήσει σε ελαφρώς χαμηλότερο επίπεδο τάσης στην αντίστοιχη ίνα: ενώ οι τάσεις στην περιοχή της ρωγμής της διεπιφάνειας είναι μάλλον υψηλές, οι τάσεις στην ίνα είναι χαμηλότερες από εκείνες τις ίνες με άθικτες διεπιφάνειες. Οι ρωγμές της ίνας προκαλούν βλάβη στη διεπιφάνεια, αλλά όχι το αντίστροφο. Σε περαιτέρω αριθμητικά πειράματα, παρατηρήθηκε ο ανταγωνισμός μεταξύ της ρωγμάτωσης της μήτρας και της αποκόλλησης της διεπιφάνειας. Στην περιοχή, όπου η διεπιφάνεια έχει υποστεί βλάβη, δεν σχηματίζεται ρωγμή στη μήτρα, αντίστροφα, στην περιοχή, όπου σχηματίζονται μεγάλες ρωγμές στη μήτρα, η ρωγμάτωση των ινών δεν οδηγεί σε βλάβη της διεπιφάνειας. Στο **Σχήμα 5.5** παρουσιάζεται η εξέλιξη της ρωγμής στα πολυμερικά σύνθετα ενισχυμένα με ίνες, που λαμβάνεται στις προσομοιώσεις. Συνεπώς, οι ασθενείς διεπιφάνειες των συνθέτων θα έχουν αρνητική επίδραση στις ιδιότητες των σύνθετων: τελικά, οι ομοιογενώς ασθενείς διεπιφάνειες θα ξεκολλήσουν, και το σύνθετο θα συμπεριφέρεται ως δέσμη ξηρών ινών. Ωστόσο, τα αποτελέσματα αυτών των μελετών έδειξαν ότι τα τοπικά αδύναμα μέρη στις διεπιφάνειες του συνθέτου μπορούν να είναι μάλλον ευεργετικά για την αντοχή και την ανθεκτικότητα του συνθέτου: μπορούν να αποτρέψουν την αστοχία της μήτρας (διοχετεύοντας την ενέργεια θραύσης στις ατέλειες της διεπιφάνειας), και ακόμα να καθυστερήσουν την αστοχία των ινών. Πρακτικά, αυτό σημαίνει ότι μια ετερογενής διεπιφάνεια (διεπιφάνεια με ασθενής και με ισχυρές περιοχές) μπορεί να εμποδίσει την αστοχία της μήτρας, και ως εκ τούτου, να διασφαλιστεί η ακεραιότητα του υλικού. Αυτό υποδηλώνει ότι οι μικροπορώδεις διεπιφάνειες στα σύνθετα υλικά μπορούν να είναι ευεργετικές για την αντοχή των υλικών.



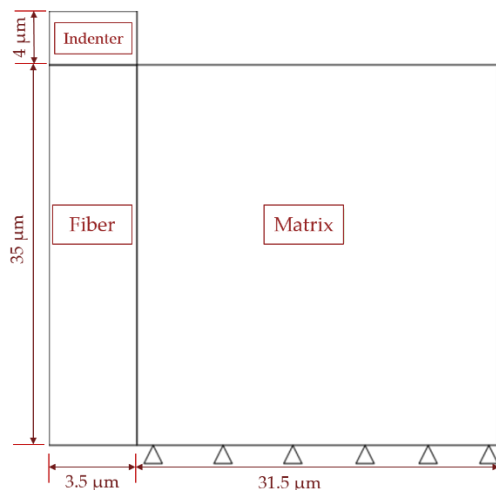
**Σχήμα 5.5:** Προσομοίωση μηχανισμού βλάβης στο πολυμερικό σύνθετο ενισχυμένο με ίνες: Ανταγωνισμός των μηχανισμών βλάβης. (a και b) Διεπιφάνεια που έχει υποστεί βλάβη (κόκκινη περιοχή) σε μία περιοχή μακριά από την πρώτη ρωγματωμένη ίνα, ρωγμή μήτρας που σχηματίζεται μακριά από την περιοχή με κατεστραμμένη διεπιφάνεια. (c) η τάση σε μια ίνα είναι χαμηλότερη από ότι σε άλλες ίνες αν έχει υποστεί βλάβη.

## 5.2 Μοντέλο νανοδιείσδυσης

Η ερμηνεία των πειραματικών αποτελεσμάτων για τον προσδιορισμό των ιδιοτήτων της διεπιφάνειας δεν είναι μονοσήμαντη και απαιτείται ένα λεπτομερές μικρομηχανικό μοντέλο. Κατά τα πειράματα νανοδιείσδυσης εμφανίζονται ιδιαίτεροι περιορισμοί, όπως η τοπική μικροδομή (διάταξη ινών), η ανισοτροπία των ινών άνθρακα, η επίδραση των παραμενουσών τάσεων, καθώς και η τριβή ίνας-μήτρας μετά την αποκόλληση. Για το λόγο αυτό, επιχειρήθηκε η μελέτη του φαινομένου, με χρήση υπολογιστικών μοντέλων. Βασική παραδοχή είναι ότι η νανοδιείσδυση μπορεί να θεωρηθεί ως μια εν δυνάμει **στατική διαδικασία**, λόγω της απουσίας έντονων δυναμικών φαινομένων, όπως ταλαντώσεις ή κρούσεις σωμάτων. Επομένως μπορεί να προσομοιωθεί από τον εμπορικό κώδικα πεπερασμένων στοιχείων (ANSYS Parametric Design Language – APDL) ως στατικό πρόβλημα, στο οποίο το φορτίο αυξάνεται σταδιακά. Η υπόθεση του συνεχούς φαίνεται ότι προσεγγίζει καλά τη νανοδιείσδυση για βάθη διείσδυσης πάνω από τα 20 nm περίπου, αλλά για μικρότερα βάθη απαιτείται μια ατομιστική προσομοίωση. Στην εργασία αυτή για την εφαρμογή της μεθόδου των πεπερασμένων στοιχείων χρησιμοποιήθηκε ο εμπορικός κώδικας του **ANSYS 13**.

Η σχηματική αναπαράσταση του αξονοσυμμετρικού προβλήματος της δοκιμής νανοδιείσδυσης ενός μοντέλου ίνας-μήτρας δίνεται στο **Σχήμα 5.6**. Ο επίπεδος διεισδυτής (flat indenter) μοντελοποιήθηκε ως κύλινδρος, με κυλινδρική διατομή ακτίνας ίσης με της ίνας, συμμετρικός ως προς τον άξονα y. Αρχικά, κατασκευάστηκε το δισδιάστατο μοντέλο, όπως φαίνεται στο παρακάτω σχήμα και στη συνέχεια περιστράφηκε κατά 45°, έτσι ώστε να κατασκευαστεί το 1/8 της γεωμετρίας του συνολικού τρισδιάστατου μοντέλου. Η προσέγγιση αυτή διευκολύνει σημαντικά τον προγραμματισμό του μοντέλου στον κώδικα των πεπερασμένων στοιχείων και μειώνει δραστικά τον χρόνο επίλυσης, ενώ η απόκλιση της λύσης από την συνολική τρισδιάστατη προσέγγιση είναι αμελητέα. Όλες οι μετρήσεις στον κώδικα έγιναν για υλικά που ορίστηκαν ως ομογενή και ισότροπα, με κριτήριο διαρροής το κριτήριο Von Mises. Το υλικό της ακίδας θεωρήθηκε τέλεια ελαστικό, λόγω του υψηλού μέτρου ελαστικότητας του διαμαντιού (1141GPa), που εξασφαλίζει παραμόρφωση μέσα στην ελαστική περιοχή. Το υλικό του δείγματος ακολούθησε την καταστατική εξίσωση του ελαστικού-τέλεια πλαστικού υλικού, σύμφωνα με την οποία για τάσεις μικρότερες του ορίου διαρροής αυτό συμπεριφέρεται ως ελαστικό, ενώ όταν οι τάσεις γίνουν ίσες με το όριο διαρροής το υλικό διαρρέει χωρίς περαιτέρω αύξηση της τάσης του.

Ως άξονας συμμετρίας επιλέχθηκε, όπως ήδη αναφέρθηκε, ο άξονας y, ενώ η αρχή του συστήματος τοποθετήθηκε στη βάση του δείγματος. Ορίστηκαν δύο τύποι συνοριακών συνθηκών (boundary conditions-BCs), εκ των οποίων ο ένας αντιστοιχεί στην αξονική συμμετρία και επιτρέπει σε όλα τα σημεία να κινούνται μόνο κατά τον άξονα y, απαγορεύοντας όλες τις άλλες κινήσεις. Ο δεύτερος τύπος συνοριακής συνθήκης αφορά το κάτω μέρος της μήτρας, για την οποία δεν επιτρέπονται οι κινήσεις κατά τον άξονα y. Οι υπόλοιπες κινήσεις στο μοντέλο θεωρούνται ελεύθερες.



Σχήμα 5.6: Γεωμετρία αξονοσυμμετρικού προβλήματος.

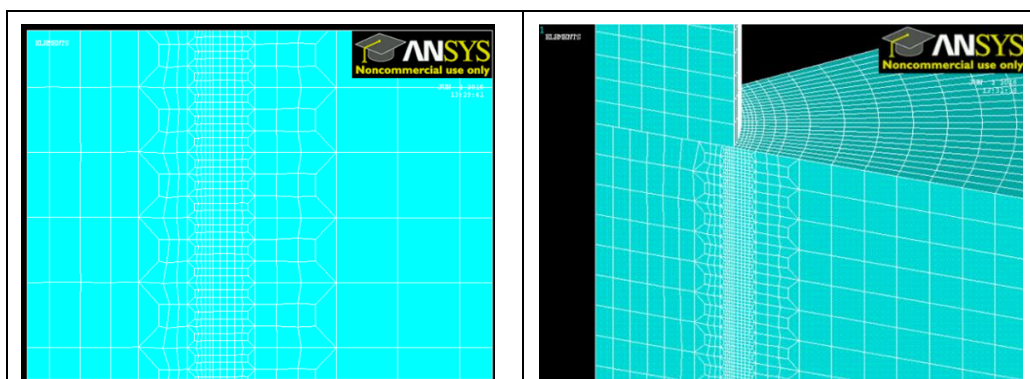
Οι ιδιότητες των υλικών (της ίνας, της μήτρας και της ακίδας εντυπωτή) που χρησιμοποιήθηκαν στον κώδικα παρουσιάζονται στον Πίνακα 5.1.

Πίνακας 5.1: Ιδιότητες υλικών.

Ιδιότητες υλικών	Μέτρο ελαστικότητας (GPa)	Λόγος Poisson	Αντοχή Εφελκυσμού (MPa)	Πυκνότητα (g/cm <sup>3</sup> )
Ίνα	230	0.3	4900	1.8
Μήτρα	3.8	0.35	70	-
Ακίδα	1141	0.07	-	-

Τα πεπερασμένα στοιχεία που χρησιμοποιήθηκαν για τη διαμέριση της ακίδας και του δείγματος (ίνας και μήτρας) ήταν τα PLANE42 [15], αξονοσυμμετρικά γραμμικά στοιχεία-τεσσάρων κόμβων για το δισδιάστατο

μοντέλο, ενώ για το τρισδιάστατο μοντέλο χρησιμοποιήθηκαν τα SOLID185 [16], τρισδιάστατα στοιχεία-οχτώ κόμβων. Ιδιαίτερη προσοχή δόθηκε στη διαμέριση κοντά στην επαφή της ίνας με τη μήτρα (**Σχήμα 5.7**), όπου αναμένονται και οι μεγαλύτερες παραμορφώσεις. Ο τύπος του μοντέλου επαφής που χρησιμοποιήθηκε ήταν τύπου Επιφάνεια-σε-Επιφάνεια (Surface-to-Surface) το οποίο ορίζει στοιχεία επιφάνειας στην επιφάνεια στόχο (target surface) και στοιχεία επιφάνειας στην επιφάνεια επαφής (contact surface). Τα πεπερασμένα στοιχεία της βιβλιοθήκης του ANSYS που χρησιμοποιήθηκαν ήταν τα TARGE170 και CONTA174. Ως επιφάνεια στόχος ορίστηκε η επιφάνεια της ακίδας, ως το πιο δύσκαμπτο υλικό, ενώ η επιφάνεια του δείγματος ήταν η επιφάνεια επαφής. Για την επαφή μεταξύ ίνας και μήτρας, ως επιφάνεια στόχος ορίστηκε η επιφάνεια της ίνας, ενώ η επιφάνεια της μήτρας ήταν η επιφάνεια επαφής. Συνολικά στο μοντέλο χρησιμοποιήθηκαν 176660 στοιχεία, εκ των οποίων 72640 χρησιμοποιήθηκαν για την ίνα, 102976 χρησιμοποιήθηκαν για τη μήτρα και 1044 για την ακίδα.



**Σχήμα 5.7:** Διακριτοποίηση στην περιοχή ίνας-μήτρας (αριστερά) και επαφής ακίδας-ίνας (δεξιά) με τη χαρακτηριστική πυκνωση των στοιχείων.

Ιδιαίτερη έμφαση δόθηκε στον καθορισμό δύο μεγεθών που χρησιμοποιεί ο κώδικας ANSYS για τον καθορισμό της επαφής μεταξύ δύο σωμάτων, του συντελεστή στιβαρότητας της επαφής και της διακριτοποίησης της μιας επιφάνειας σε σχέση με την άλλη. Εάν μία επιφάνεια είναι πιο δύσκαμπτη από την άλλη, η μαλακότερη επιφάνεια θα πρέπει να είναι η επιφάνεια επαφής και η πιο σκληρή επιφάνεια θα πρέπει να είναι η επιφάνεια του στόχου. Εάν μία επιφάνεια έχει λεπτό πλέγμα διακριτοποίησης, ενώ η άλλη έχει πιο πυκνό, η επιφάνεια με το λεπτό πλέγμα θα πρέπει να είναι η επιφάνεια στόχου και αυτή με το πυκνό πλέγμα θα πρέπει να είναι η επιφάνεια επαφής [17].

Η μέθοδος φόρτισης που επιλέχθηκε ήταν της ελεγχόμενης μετατόπισης, κατά την οποία η μετατόπιση της κορυφής της επιφάνειας της ίνας του δείγματος αυξανόταν σε βήματα χρόνου ως τη μέγιστη τιμή, ενώ ο κώδικας υπολόγιζε σε κάθε βήμα, τη συνισταμένη των δυνάμεων αντίδρασης στους κόμβους του μοντέλου. Επιλέχθηκε έναντι της μεθόδου ελεγχόμενου φορτίου, γιατί συγκλίνει γρηγορότερα και είναι περισσότερο σταθερή στα αρχικά βήματα, όπου η επαφή μεταξύ των δύο σωμάτων δεν έχει σταθεροποιηθεί ακόμη. Προσομοιώθηκε η φόρτιση κατά τη διείδυση, με βήμα μετατόπισης 0.01  $\mu\text{m}$  σε διάφορα βήματα από 18 έως 36.

Για την κατασκευή του κατάλληλου κώδικα αξιολογήθηκαν διάφορα μοντέλα, με διαφορετικές γεωμετρίες ακίδας και δείγματος, διακριτοποιήσεις (mesh), συνιοριακές συνθήκες και ιδιότητες υλικών, προκειμένου να βρεθούν οι κατάλληλες παράμετροι για την εξαγωγή αξιόπιστων αποτελεσμάτων. Μελετήθηκαν οι επιδράσεις της τριβής ακίδας-δείγματος και ίνας-μήτρας και οι παράμετροι (μέτρο ελαστικότητας και όριο διαρροής) της μήτρας στις καμπύλες φορτίου-μετατόπισης, καθώς και η πλαστική παραμόρφωση και οι κάθετες τάσεις με τις ιδιότητες υλικών που φαίνονται στον πίνακα 5.1 και συντελεστή τριβής 0.2. Οι συντελεστές τριβής μεταξύ της ίνας και της μήτρας και μεταξύ της ακίδας και του δείγματος που μελετήθηκαν ήταν 0, 0.1, 0.2, 0.3 και 0.4, ενώ οι τιμές του μέτρου ελαστικότητας και του ορίου διαρροής της μήτρας δίνονται στον **Πίνακα 5.2**.

**Πίνακας 5.2:** Τιμές μέτρου ελαστικότητας και ορίου διαρροής της μήτρας

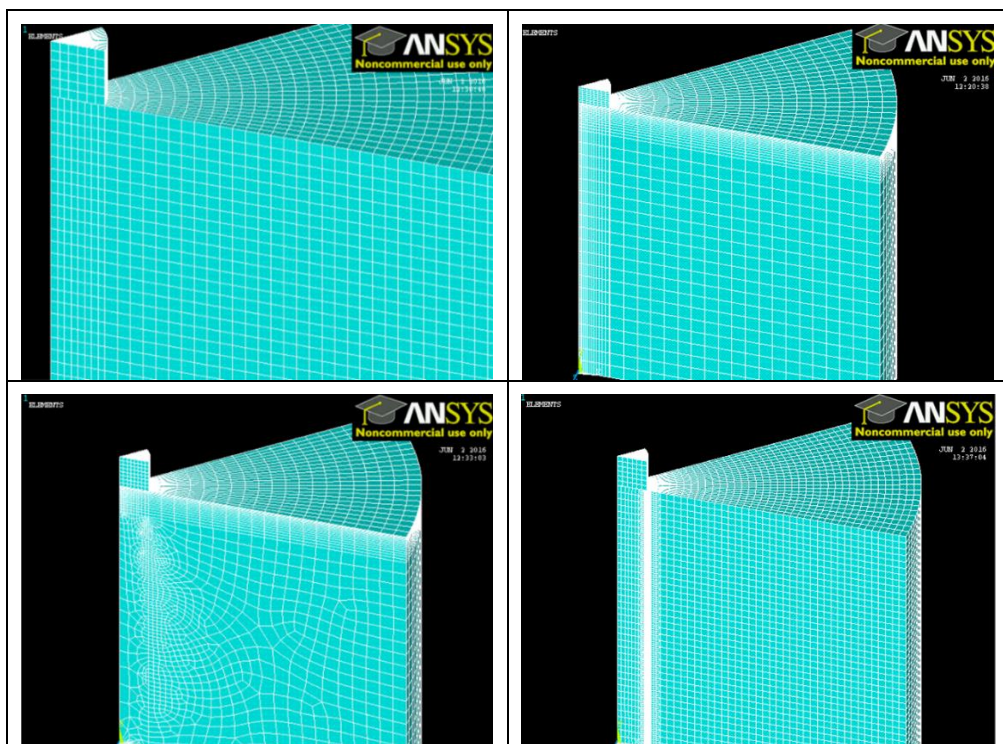
$E_m$ (GPa)	3.8	4	14	27.87	14	27.87	40
$\sigma_y$ (MPa)	69	69	69	69	140	280	400

## 5.3 Αριθμητικά αποτελέσματα

### 5.3.1 Επίδραση της πυκνότητας διακριτοποίησης

Πριν την διεξαγωγή των βασικών αναλύσεων, πραγματοποιήθηκε μελέτη της επίδρασης της πυκνότητας διακριτοποίησης στα αριθμητικά αποτελέσματα. Στο **Σχήμα 5.8** δίνονται παραδείγματα τεσσάρων διαφορετικών διακριτοποιήσεων του προβλήματος της νανοδιείσδυσης που μελετήθηκαν.

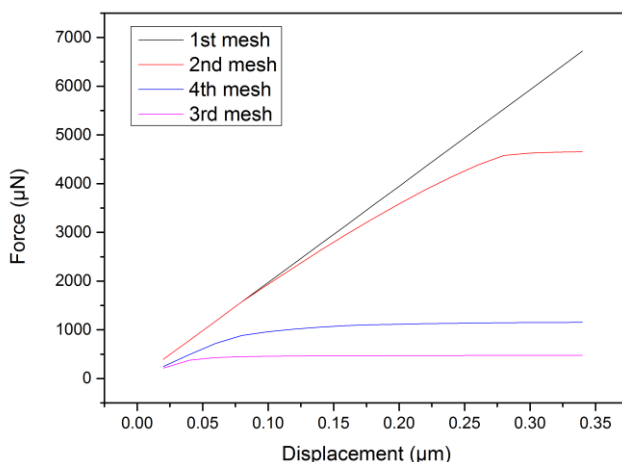
Αρχικά, κατασκευάστηκε ένα απλό πλέγμα (επάνω αριστερά-1<sup>st</sup> mesh) και στη συνέχεια έγινε προσπάθεια να κατασκευαστεί πλέγμα το οποίο είχε πυκνή διακριτοποίηση στην ίνα και στην περιοχή επαφής της ακίδας με την ίνα (επάνω δεξιά-2<sup>nd</sup> mesh). Επίσης κατασκευάστηκε πλέγμα, στο οποίο η διακριτοποίηση στην επαφή ίνας-μήτρας και ακίδας-ίνας ήταν πυκνή (κάτω αριστερά-3<sup>rd</sup> mesh) και τέλος, κατασκευάστηκε μοντέλο, στο οποίο δόθηκε έμφαση στη διακριτοποίηση της επαφής ίνας-μήτρας (κάτω δεξιά-4<sup>th</sup> mesh).



**Σχήμα 5.8:** Παράδειγματα της γεωμετρίας και των διαφόρων διακριτοποιήσεων του προβλήματος της νανοδιείσδυσης με τη ΜΠΣ.

Στα διαγράμματα φορτίου-μετατόπισης του μοντέλου για τέσσερις διαφορετικές διακριτοποιήσεις (**Σχήμα 5.9**) παρατηρείται μια σημαντική επίδραση της πυκνότητας διακριτοποίησης, λόγω της διακριτοποίησης στην περιοχή επαφής ίνας-μήτρας των πλεγμάτων 3 και 4. Παρατηρείται ότι τα δύο πρώτα πλέγματα, τα οποία δεν παρουσιάζουν διακριτοποίηση στην επαφή ίνας-μήτρας συγκλίνουν μεταξύ τους στο γραμμικό τμήμα στην αρχή της καμπύλης, ενώ η καμπύλη του πρώτου πλέγματος συνεχίζει να είναι γραμμική

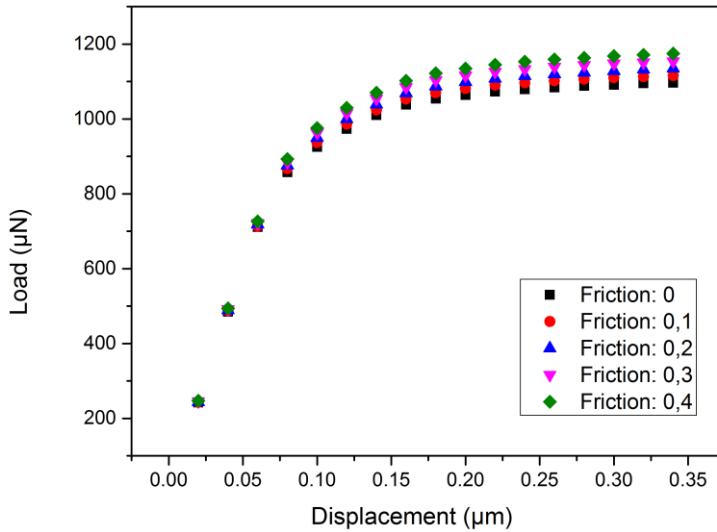
πέραν του κρίσιμου φορτίου της δεύτερης καμπύλης. Στο τρίτο και τέταρτο πλέγμα, τα οποία παρουσιάζουν διακριτοποίηση στην επαφή ίνας-μήτρας παρατηρείται σύγκλιση των δύο καμπυλών στη γραμμική περιοχή και μεγαλύτερες τιμές φορτίου συναρτήσει της μετατόπισης για το τέταρτο πλέγμα. Με βάση αυτή τη μελέτη αποφασίστηκε οι αναλύσεις να διεξαχθούν χρησιμοποιώντας το πλέγμα 4, έτσι ώστε το μοντέλο να παρουσιάζει πυκνή διακριτοποίηση στην επαφή ίνας-μήτρας και να κρατηθεί ο υπολογιστικός χρόνος σε αποδεκτά πλαίσια.



**Σχήμα 5.9:** Διαγράμματα φορτίου-μετατόπισης για τέσσερις διαφορετικές διακριτοποιήσεις.

### 5.3.2 Επίδραση του συντελεστή τριβής

Στο **Σχήμα 5.10** συγκρίνονται οι καμπύλες φορτίου-μετατόπισης του μοντέλου για διαφορετικούς συντελεστές τριβής, στις οποίες παρατηρείται σύγκλιση των τιμών των καμπυλών για συντελεστές τριβής 0, 0.1, 0.2, 0.3 και 0.4.

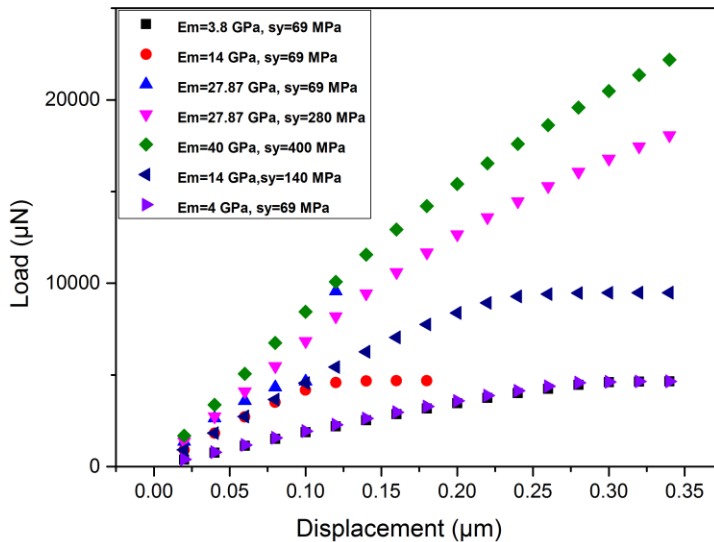


Σχήμα 5.10: Σύγκριση διαγραμμάτων φορτίου-μετατόπισης με διαφορετικούς συντελεστές τριβής.

### 5.3.3 Επίδραση του μέτρου ελαστικότητας και του ορίου διαρροής της μήτρας

Στο Σχήμα 5.11 φαίνεται η σύγκριση των διαγραμμάτων φορτίου-μετατόπισης με διαφορετικές τιμές μέτρου ελαστικότητας και ορίου διαρροής της μήτρας. Παρατηρείται ότι οι προσομοιώσεις, όπου το όριο διαρροής παρέμεινε σταθερό (69MPa) και μεταβάλλονται οι τιμές του μέτρου ελαστικότητας στα 3.8, 4, 14 και 27.87 GPa, παρουσιάζουν χαμηλότερες τιμές φορτίου, από εκείνες όπου το μέτρο ελαστικότητας και το όριο διαρροής έχουν μεγαλύτερες τιμές. Όσο το μέτρο ελαστικότητας και το όριο διαρροής αυξάνονται, τόσο αυξάνεται το φορτίο συναρτήσεως της μετατόπισης, οδηγώντας στο συμπέρασμα ότι οι ιδιότητες της μήτρας επιδρούν σημαντικά στις προσομοιώσεις του προβλήματος νανοδιείσδυσης. Με βάση αυτή τη μελέτη αποφασίστηκε οι αναλύσεις να διεξαχθούν με τιμή μέτρου ελαστικότητας 3.8 GPa και όριο διαρροής 70 MPa, όπως φαίνεται και στον πίνακα 5.1.

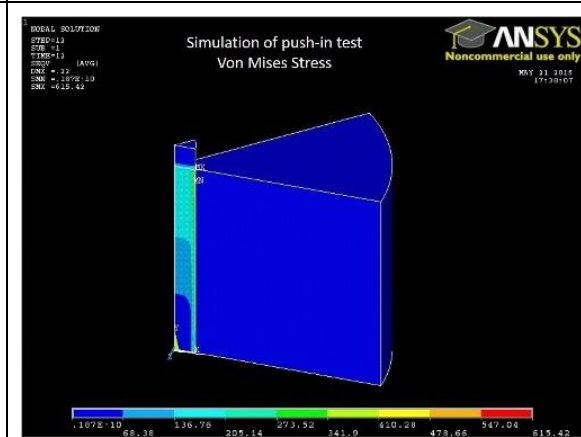
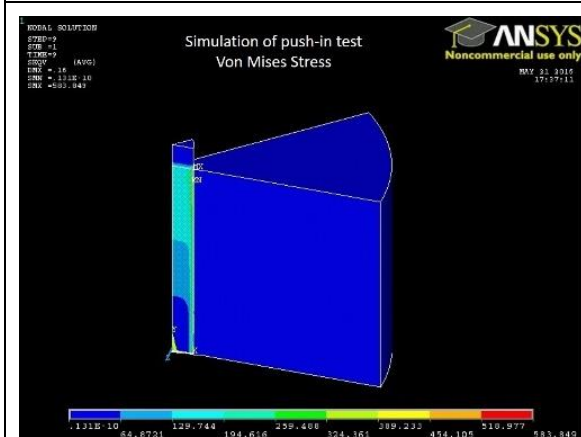
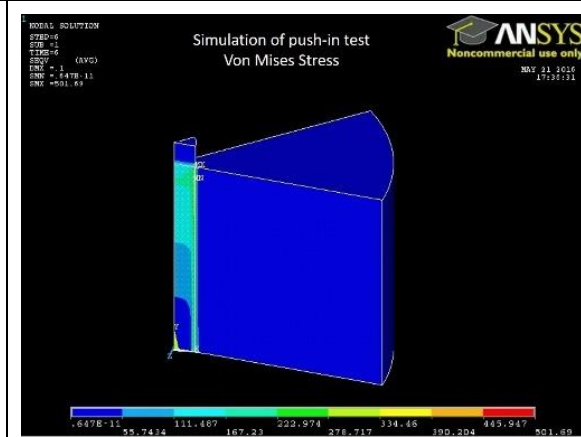
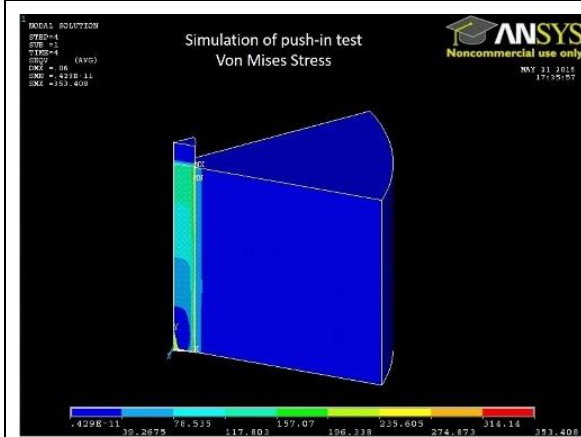
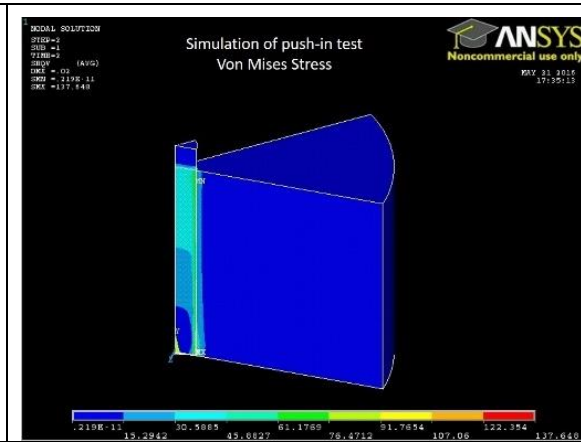
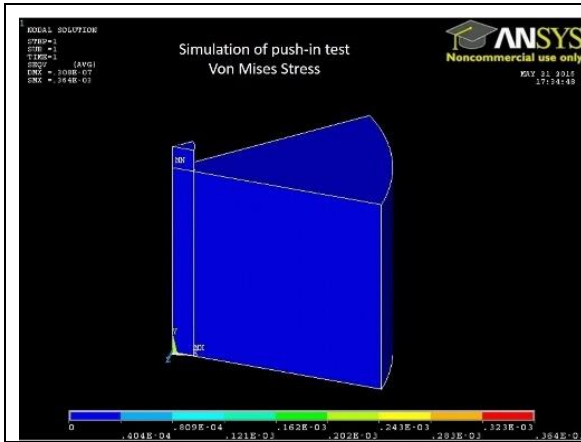


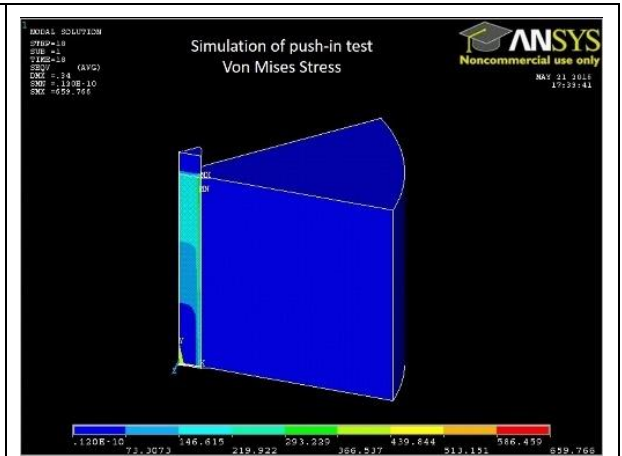
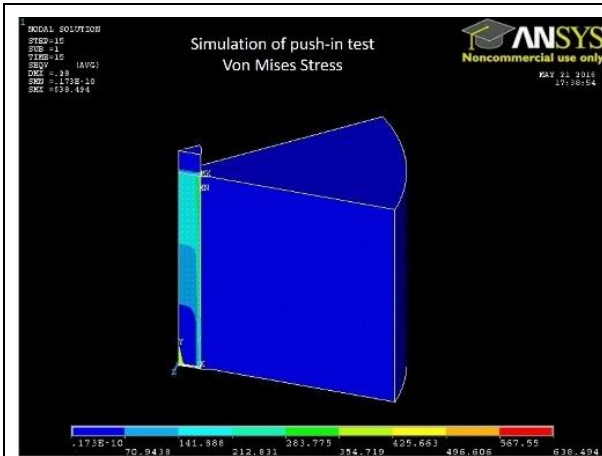


**Σχήμα 5.11:** Σύγκριση διαγραμμάτων φορτίου-μετατόπισης με διαφορετικές τιμές μέτρου ελαστικότητας και ορίου διαρροής της μήτρας.

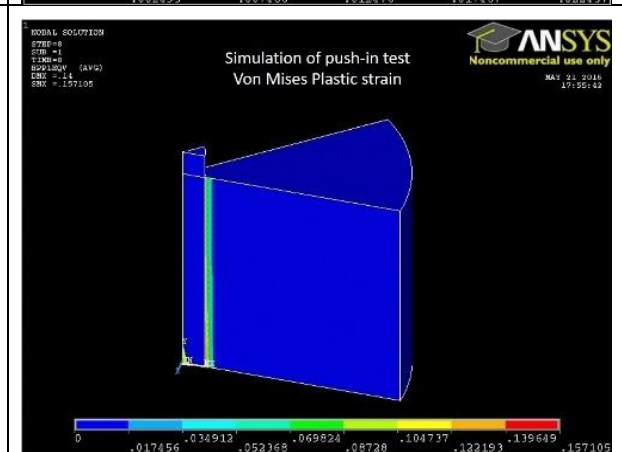
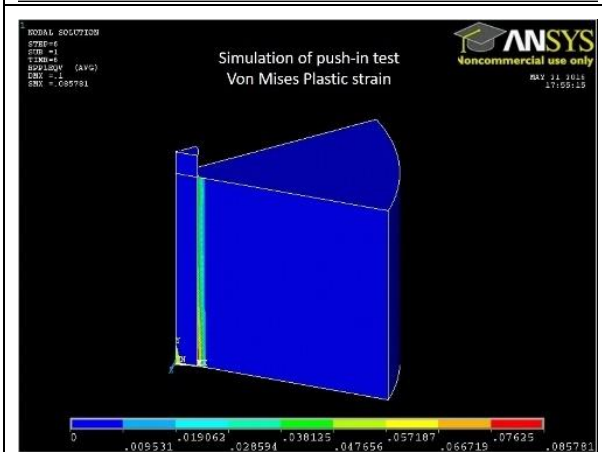
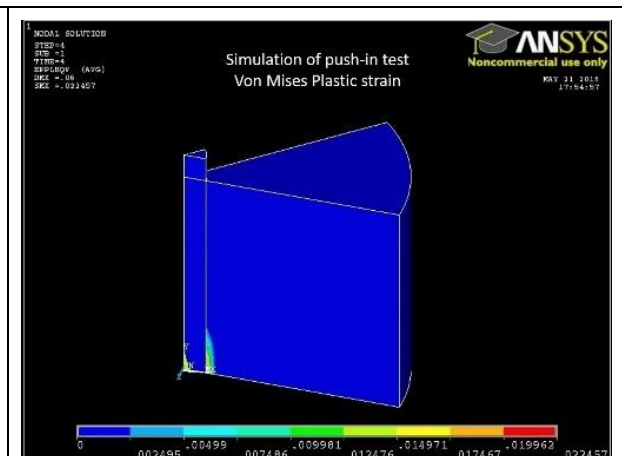
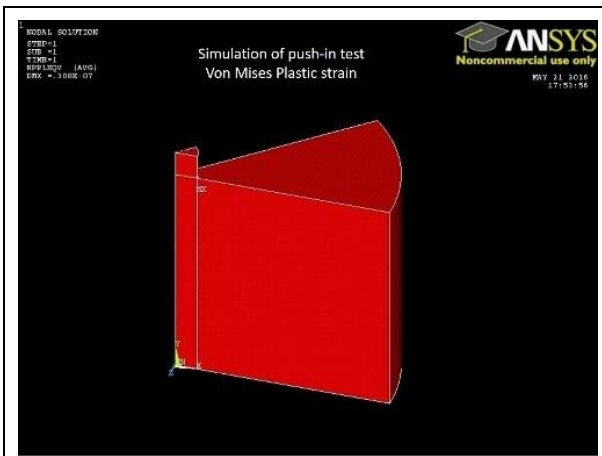
### 5.3.4 Κατανομή τάσεων και πλαστικής παραμόρφωσης

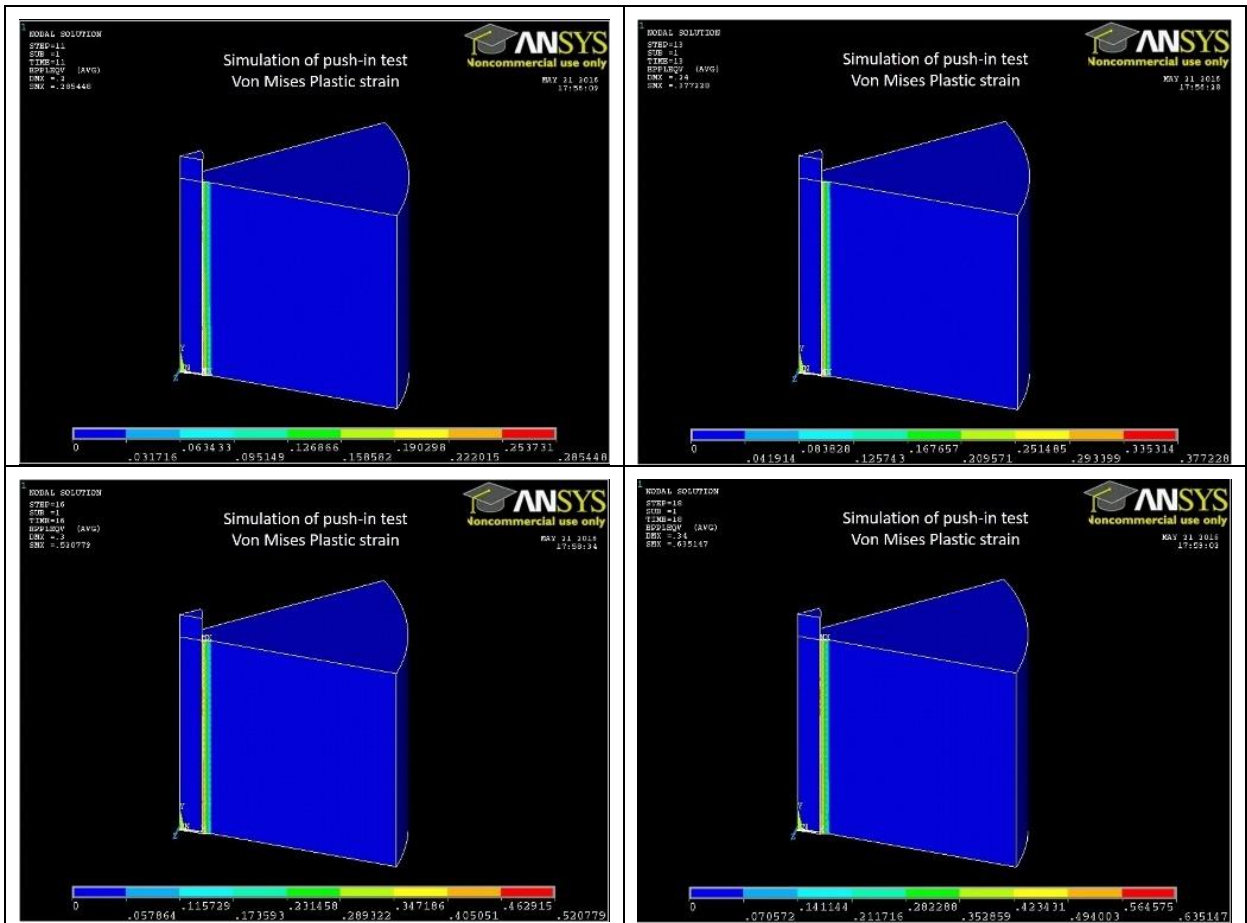
Στο **Σχήμα 5.12** δίνεται η κατανομή των τάσεων Von Mises στη διεπιφάνεια ίνας-μήτρας, ενδεικτικά, για μετατοπίσεις της ακίδας προς την ίνα 0.01, 0.02, 0.04, 0.06, 0.09, 0.12, 0.15 και 0.18  $\mu\text{m}$  και συντελεστή τριβής 0.3. Παρατηρείται ότι η μέγιστη τάση εμφανίζεται στο πάνω μέρος της διεπιφάνειας ίνας-μήτρας και η θέση της μέγιστης τάσης μετατοπίζεται κατά μήκος της διεπιφάνειας, και καθώς η μετατόπιση αυξάνεται, αυξάνεται και η τάση. Η τάση κατά μήκος της διεπιφάνειας αυξάνεται σταδιακά από 61 έως 293 MPa, όσο αυξάνεται η μετατόπιση από 0.02 έως 0.18.





Σχήμα 5.12: Κατανομή της τάσης Von Mises για διαφορετικές εφαρμοζόμενες μετατοπίσεις.





Σχήμα 5.13: Κατανομή της πλαστικής παραμόρφωσης Von Mises για διαφορετικές εφαρμοζόμενες μετατοπίσεις.

Στο Σχήμα 5.13 παρουσιάζεται, ενδεικτικά, η κατανομή της πλαστικής παραμόρφωσης Von Mises στη διεπιφάνεια ίνας-μήτρας, για μετατοπίσεις της ακίδας προς την ίνα 0.01, 0.04, 0.06, 0.08, 0.11, 0.13, 0.16 και 0.18  $\mu\text{m}$  και συντελεστή τριβής 0.3. Παρατηρείται ότι, για μετατοπίσεις έως 0.03  $\mu\text{m}$  δεν εμφανίζεται πλαστική παραμόρφωση στη περιοχή επαφής ίνας-μήτρας, λόγω της ελαστικής παραμόρφωσης σε μικρές μετατοπίσεις. Η πλαστική παραμόρφωση αρχίζει για μετατόπιση 0.04  $\mu\text{m}$ , και εμφανίζεται στο κάτω μέρος της διεπιφάνειας. Καθως το βάθος διείσδυσης αυξάνεται από 0.05 έως 0.18  $\mu\text{m}$ , αυξάνεται και η πλαστική παραμόρφωση, η οποία κυμαίνεται σε ένα εύρος τιμών από 0.048 έως 0.564, και εμφανίζεται σε όλο το μήκος της διεπιφάνειας.

## 5.4 Συμπεράσματα

Στην παρούσα διπλωματική εργασία αναπτύχθηκε τρισδιάστατο αριθμητικό μοντέλο με βάση την μέθοδο των πεπερασμένων στοιχείων για την προσομοίωση της αστοχίας της διεπιφάνειας ίνας-μήτρας κατά τη δοκιμή νανοδιείσδυσης. Το μοντέλο αναπτύχθηκε χρησιμοποιώντας το εμπορικό πακέτο πεπερασμένων στοιχείων ANSYS. Από τα αποτελέσματα της μελέτης εξάγονται τα ακόλουθα συμπεράσματα:

- Η γεωμετρία του μοντέλου, η διακριτοποίηση, οι συνοριακές συνθήκες και οι ιδιότητες των υλικών παίζουν σημαντικό ρόλο στη διεξαγωγή των αριθμητικών αποτελεσμάτων.
- Τα αριθμητικά αποτελέσματα των προσομοιώσεων με διαφορετικές τιμές συντελεστή τριβής δεν αποκλίνουν σημαντικά μεταξύ τους. Η παρατήρηση αυτή οδηγεί στο συμπέρασμα ότι η τριβή ίνας-μήτρας και ακίδας-ίνας μπορούν να αγνοηθούν στην προσομοίωση του προβλήματος της νανοδιείσδυσης.
- Οι ιδιότητες των υλικών επιδρούν σημαντικά στα αριθμητικά αποτελέσματα των προσομοιώσεων, καθώς μετά από τη μελέτη της επίδρασης του μέτρου ελαστικότητας και του ορίου διαρροής της μήτρας φαίνεται ότι αύξηση των τιμών οδηγεί σε αύξηση του φορτίου συναρτήσει της μετατόπισης της ακίδας.
- Η κατανομή των τάσεων και των πλαστικών παραμορφώσεων λαμβάνει χώρα κατά μήκος της διεπιφάνειας της ίνας με τη μήτρα, και όσο αυξάνεται η μετατόπιση της ακίδας, τόσο αυξάνονται οι τάσεις και η πλαστική παραμόρφωση στην περιοχή αυτή. Οι μέγιστες τάσεις και παραμορφώσεις εμφανίζονται, επίσης, κατά μήκος της διεπιφάνειας, με αποτέλεσμα η διεπιφάνεια ίνας-μήτρας να είναι πιο επιρρεπής σε αστοχία.

## ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ

- [1] Γκότσης Π.Κ, Πεπερασμένα στοιχεία, εκδόσεις Ζήτη
- [2] Καρύδης Π.Α., Σημειώσεις του μαθήματος «Υπολογιστικές μέθοδοι και εφαρμογές σε λεπτότοιχες κατασκευές», Σχολή Ναυπηγών Μηχανολόγων Μηχανικών, ΕΜΠ
- [3] Bhattacharya K. and Nix W. D., International Journal of Solids Structure, Vol.24, pp. 881(1988).
- [4] Molina-Aldareguía J.M., Rodríguez M., González C. and LLorca J., An experimental and numerical study of the influence of local effects on the application of the fibre push-in tests, Madrid Institute for Advanced Studies of Materials (IMDEA-Materials)

- [5] Knapp J.A., Fllstaedt D.M., Myers S.M., Barbour J.C. and Friedmann T.A., *Journal of Applied Physics*, Vol.85, p. 1460(1999).
- [6] King R. B., Elastic analysis of some punch problems for a layered medium, *International Journal of Solids Structure*, Vol.23, No 12, pp.1657–1664.
- [7] Bhattacharya A. K. and Nix W. D., Finite element analysis of cone indentation, *International Journal of Solids Structure*, Vol.27, pp. 1047–1058(1991).
- [8] Vojiadjis G.Z., Peters R., Size effects in nanoindentation: an experimental and analytical study, *Acta Mechanica*, 211.
- [9] Rodrviguez M., Molina-Aldareguva J.M., Gonzalez C., LLorca J., A methodology to measure the interface shear strength by means of the fiber push-in test, *Composites Science and Technology* 72 1924–1932(2012).
- [10] Hardiman M., Vaughan T.J., McCarthy C.T., The effect of fibre constraint in the nanoindentation of fibrous composite microstructures: A finite element investigation, *Computational Materials Science* 64 162–167(2012).
- [11] Xi Li, Qingsheng Yang, Zhiyuan Liu, Interfacial mechanics of fiber push-out test: nano-indentation technique and cohesive element modeling, 13th International Conference on Fracture June 16–21, Beijing, China(2013).
- [12] Sri Harsha Garapati and Autar Kaw, Effect of Geometry, Loading and Elastic Moduli on Critical Parameters in a Nanoindentation Test in Polymeric Matrix Composites with a Nonhomogeneous Interphase, *Composite Interfaces* 18 275–294(2011).
- [13] Zhong Hu, Kevin J. Lynne, Sai P. Markondapatnaikuni, Fereidoon Delfanian, Material elastic – plastic property characterization by nanoindentation testing coupled with computer modeling, *Materials Science & Engineering A587* 268–282(2013).
- [14] Leon Mishnaevsky Jr., Nanostructured interfaces for enhancing mechanical properties of composites: Computational micromechanical studies, *Composites: Part B* 68 75–84(2015).
- [15] Charitidis, C. A., & Dragatogiannis, D. A., Finite element analysis, stress-strain distribution and size effects rise during nanoindentation of welded aluminum alloy, *International Journal of Structural Integrity*, 4(1), 78-90 (2013).
- [16] [http://www.ansys.stuba.sk/html/elem\\_55/chapter4/ES4-185.htm](http://www.ansys.stuba.sk/html/elem_55/chapter4/ES4-185.htm)
- [17] ANSYS 13.0, Manual

## Παράρτημα

### ➤ Δείγμα κώδικα

#### /PREP7

```
ET,1,42
ET,2,185
ET,3,TARGE170
ET,4,CONTA174

d=3.5
a=4
b=3.5

MP,EX,1,230E3
MP,PRXY,1,0.3
MP,DENS,1,1.8
TB,BISO,1,1
TBTEMP,0
TBDATA,1,4900,0 !Tensile strength
MP,EX,2,3.8E3
MP,PRXY,2,0.35
TB,BISO,2,1
TBTEMP,0
TBDATA,1,70,0 !Tensile strength
MP,EX,3,1141E3
MP,PRXY,3,0.07

K,1,0,0,0
K,2,d,0,0
K,3,d,(10*d),0
K,4,0,(10*d),0
L,1,2
L,2,3
L,3,4
L,4,1
AL,1,3,4,2
LESIZE,1,,8
LESIZE,2,,40
LESIZE,3,,8
LESIZE,4,,40

MSHKEY,0
TYPE,1
MAT,1
AMESH,ALL
TYPE,2
ESIZE,,24
VROTAT,1,,,,,1,4,45
CSYS,5
NSEL,S,LOC,X,0,d
ESLN,S,1
EMODIF,ALL,MAT,1
TYPE,4
CSYS,0
AMESH,3
ESEL,S,TYPE,,4
ESURF,,REVE

K,7,d,0,0
K,8,(10*d),0,0
K,9,(10*d),(10*d),0
K,10,d,(10*d),0
L,7,8
L,8,9
L,9,10
L,10,7
AL,10,12,13,11
LESIZE,10,,38
LESIZE,11,,40
LESIZE,12,,38
LESIZE,13,,40

TYPE,1
MAT,2
AMESH,6
TYPE,2
ESIZE,,24
```

VROTAT,6,,,,,1,4,45  
 TYPE,3  
 AMESH,10  
 ALLSEL,ALL  
 TYPE,4  
 AMESH,4  
 ESEL,S,TYPE,,4  
 ESURF,,REVE  
 K,15,0,(10\*d+a),0  
 K,16,b,(10\*d+a),0  
 K,17,b,(10\*d),0  
 L,4,15  
 L,15,16  
 L,16,17  
 L,17,4  
 AL,25,23,22,24  
 LESIZE,22,,,6  
 LESIZE,23,,,6  
 LESIZE,24,,,6  
 LESIZE,25,,,6  
  
 TYPE,1  
 MAT,3  
 AMESH,12  
 TYPE,2  
 ESIZE,,24  
 VROTAT,12,,,,,4,15,45  
 TYPE,3  
 AMESH,13  
 ALLSEL,ALL  
 FINISH  
  
**/SOLU**  
 SOLCONTROL,0  
 ANTYPE,STATIC  
 NSEL,S,LOC,Z  
 DSYM,SYMM,Z,0  
 CLOCAL,11,,,,,45  
 NSEL,S,LOC,Z

DSYM,SYMM,Z,11  
 CSYS,0  
 NSEL,S,LOC,Y,0  
 NSEL,R,LOC,X,d+0.1,10\*d  
 D,ALL,UY,0  
  
 NSEL,S,LOC,X  
 NSEL,R,LOC,Z  
 D,ALL,UX  
 D,ALL,UZ  
  
 \*DIM,DIS,ARRAY,18  
 A=0  
 \*DO,I,1,18  
 DIS(I)=A  
 A=A+0.01  
 \*ENDDO  
  
 NLGEOM,ON  
 AUTOTS,ON  
 OUTRES,,1  
 NROPT,FULL,,OFF  
 NEQIT,100  
 ALLSEL  
  
 \*DO,I,1,18  
 NSEL,S,LOC,Y,(10\*d+a)  
 D,ALL,UX  
 D,ALL,UZ  
 D,ALL,UY,-DIS(I)  
 ALLSEL  
 LSWRITE,I  
 \*ENDDO  
  
 ESEL,U,TYPE,,1  
 LSSOLVE,1,18  
 FINISH  
  
**/POST1**  
 \*DO,J,1,18  
 SET,J



```

NSEL,S,LOC,Y,10*d+a
*GET,NUMNOD,NODE,0,COUNT
*GET,CURNOD,NODE,0,NUM,MIN
SUM=0
*DO,I,1,NUMNOD
*GET,RFY,NODE,CURNOD,RF,FY
SUM=SUM+RFY
CURNOD=NDNEXT(CURNOD)
*ENDDO
DISJ=DIS(J)

/OUTPUT,NANO_RF_D,OUT,,APPEND
*VWRITE,DISJ,SUM
(E16.8,5X,E16.8)
/OUTPUT
*ENDDO
FINISH

```

## ΒΙΟΓΡΑΦΙΚΟ ΣΗΜΕΙΩΜΑ

### ΠΡΟΣΩΠΙΚΕΣ ΠΛΗΡΟΦΟΡΙΕΣ



Μπατσούλη Δέσποινα

+30 6988775994

[despoinabatsouli@gmail.com](mailto:despoinabatsouli@gmail.com)

Φύλο Θήλυ | Ημερομηνία γέννησης 29 Οκτωβρίου 1990 | Εθνικότητα Ελληνική

### ΕΠΑΓΓΕΛΜΑ

Μηχανικός Επιστήμης Υλικών, Πανεπιστήμιο Ιωαννίνων

### ΕΚΠΑΙΔΕΥΣΗ ΚΑΙ ΚΑΤΑΡΤΙΣΗ

Οκτώβριος 2014-Ιούνιος 2016

Εθνικό Μετσόβιο Πολυτεχνείο, Σχολή Χημικών Μηχανικών, ΔΠΜΣ "Επιστήμη και Τεχνολογία Υλικών"

- Διπλωματική εργασία με τίτλο:

«Μελέτη αστοχίας διεπιφάνειας ίνας άνθρακα / εποξικής ρητίνης με την Τεχνική της Νανοδιείσδυσης και τη Μέθοδο των Πεπερασμένων Στοιχείων»

Οκτώβριος 2008-Ιούλιος 2013

Πανεπιστήμιο Ιωαννίνων, Σχολή Επιστημών και Τεχνολογιών, Τμήμα Μηχανικών Επιστήμης Υλικών

- Διπλωματική εργασία με τίτλο:

«Αξιολόγηση μικροδομής, σκληρότητας και αντίστασης σε διάβρωση και φθορά συνθέτων υλικών με ενδομεταλλική μήτρα Fe - Al και ενίσχυση TiB<sub>2</sub> μετά από θερμικές κατεργασίες»

Σεπτέμβριος 2005-Ιούνιος 2008

1<sup>ο</sup> Γενικό Λύκειο Φιλιππιάδας

### ΕΠΑΓΓΕΛΜΑΤΙΚΗ ΕΜΠΕΙΡΙΑ

01/10/2012 έως 30/11/2012

Πρακτική Άσκηση

Μεταλλοβιομηχανία Ν.Πέτσιος & ΥΙΟΙ Α.Ε., ΒΙ.ΠΕ. Ιωαννίνων

- Εκμάθηση των διαδικασιών παραγωγής που διέπουν τη σύγχρονη βιομηχανία, τα βασικά ως προς τον προγραμματισμό προϊόντων με τη χρήση σχεδιαστικών πακέτων της εταιρείας, καθώς και τις βασικές αρχές προγραμματισμού ορισμένων εκ των μηχανημάτων

## ΑΤΟΜΙΚΕΣ ΔΕΞΙΟΤΗΤΕΣ

Μητρική γλώσσα **Ελληνική**

Λοιπές γλώσσες

	ΚΑΤΑΝΟΗΣΗ		ΟΜΙΛΙΑ		ΓΡΑΦΗ
	Προφορική	Γραπτή (ανάγνωση)	Επικοινωνία	Προφορική έκφραση	
<b>Αγγλική</b>	<b>B2</b>	<b>B2</b>	<b>B2</b>	<b>B2</b>	<b>B2</b>
Certificate of Competency in English, The University of Michigan – 2006					
<b>Γερμανική</b>	<b>A1</b>	<b>A1</b>	<b>A1</b>	<b>A1</b>	<b>A1</b>

Επίπεδα: A1/2: Βασικός χρήστης - B1/2: Ανεξάρτητος χρήστης - C1/2: Έμπειρος χρήστης  
Κοινό Ευρωπαϊκό Πλαίσιο Αναφοράς για Γλώσσες

Δεξιότητες πληροφορικής

**Πιστοποιητικό γνώσης χειρισμού Η/Υ**

Cambridge International Diploma in IT Skills, Αύγουστος 2008

Μέθοδοι Πεπερασμένων Στοιχείων

Ansyes, Abaqus

Σχεδιαστικά πακέτα

Pro Engineer, Autocad

Γλώσσες προγραμματισμού

Fortran, C++, Matlab, Mathematica

Δίπλωμα οδήγησης

B' κατηγορίας

## ΠΡΟΣΘΕΤΕΣ ΠΛΗΡΟΦΟΡΙΕΣ

Ερευνητικά προγράμματα

FIBRALSPEC Project "Functionalised Innovative Carbon Fibres Developed from Novel Precursors with Cost Efficiency and Tailored Properties"

- Συνέδρια
- 03-07/07/2016: Συμμετοχή στις εργασίες του 17<sup>th</sup> International Conference on Experimental Mechanics, Rhodes, Greece
- 15-16/11/2013: Συμμετοχή στις εργασίες της 8<sup>ης</sup> Διημερίδας της Ελληνικής Εταιρείας Βιοϋλικών, Αθήνα
- 20-22/11/2013: Συμμετοχή στις εργασίες του 5<sup>ο</sup> Πανελλήνιο Συνέδριο Μεταλλικών Υλικών, Εργαστηρίου Υλικών του Τμήματος Μηχανολόγων Μηχανικών του Πανεπιστημίου Θεσσαλίας και Ελληνικής Μεταλλουργικής Εταιρείας, Βόλος
- 04-05/11/2010: Συμμετοχή στο 4<sup>ο</sup> Πανελλήνιο Συνέδριο Μεταλλικών Υλικών, Κέντρο Διάδοσης Επιστημών και Μουσείο Τεχνολογίας ΝΟΗΣΙΣ, Θεσσαλονίκη
- Σεμινάρια
- 10-21/05/2016: «Προς σχεδόν Μηδενική Ενεργειακή Κατανάλωση Κτιρίων (nZEB) Εκπαίδευση στις χώρες τις νότιας Ευρώπης», Eurotraining
- 04-25/08/2008: «Βασικές Δεξιότητες με Πιστοποίηση στις Τεχνολογίες Πληροφορικής και Επικοινωνιών (με Επιλογή «Βάσεις Δεδομένων»)», ΚΕΚ ΝΕΟ ΘΕΤΙΚΟ, Διάρκεια: 100 ώρες