



Indici morfologici e parametri strutturali nello sviluppo di modelli per materiali a struttura complessa

Francesca Cosmi

Università degli Studi di Trieste, Dipartimento di Ingegneria Meccanica, via A. Valerio 10 – Trieste; cosmi@units.it.

RIASSUNTO. L'identificazione e la valutazione della microstruttura costituiscono il primo passo verso lo sviluppo di metodi per la previsione del comportamento di una vastissima classe di materiali a struttura complessa, in cui la disposizione spaziale dei costituenti determina le proprietà meccaniche del materiale. Le caratteristiche di queste microstrutture possono essere identificate mediante tecniche tomografiche e quantificate mediante indici morfologici, ad esempio frazione volumetrica e tensori del secondo ordine quali il *Mean Intercept Length fabric tensor*. In questo lavoro viene affrontato il problema della definizione di un legame generale tra parametri morfologici e proprietà elastiche, valutate mediante simulazioni. Il modello numerico qui utilizzato per l'analisi strutturale si basa sull'applicazione del Metodo delle Celle. Entrambi gli approcci, morfologico e numerico, si sono dimostrati in grado di catturare direzioni principali dell'anisotropia e differenze tra microstrutture. Vengono illustrati i risultati ottenuti nell'applicazione a materiali di interesse industriale quali i compositi rinforzati con fibre corte.

ABSTRACT. Micro-architecture identification and evaluation constitute the first step to be undertaken in order to develop models that simulate and predict the behaviour of a wide class of materials characterized by a complex structure, in which the spatial arrangement of the constituents determines the material mechanical properties. Characteristics of these micro-structures can be identified by tomographic techniques and quantified by morphological indexes such as volume fraction and second order tensors such as the *Mean Intercept Length fabric tensor*. The aim of this work is to address the problem of defining general relationships between the morphological and the computed elastic properties obtained by simulations. The numerical model used here is based on a Cell Method application. Both morphological and numerical approaches were able to capture principal directions of anisotropy and differences among microstructures. The results obtained for an industrial material such as a short fibre reinforced composite are shown.

PAROLE CHIAVE. Compositi rinforzati con fibre corte; Anisotropia; Elasticità; Mean intercept length; Metodo delle celle.

INTRODUZIONE

Le proprietà meccaniche macroscopiche dei materiali a struttura complessa sono una conseguenza dell'architettura assunta a livello di micro-scala, sia nel caso di tessuti biologici, sia in quello di materiali sviluppati per applicazioni industriali. Tra questi ultimi, trovano frequente impiego i polimeri termoplastici rinforzati con fibre corte di vetro o di carbonio (*Short Fibre Reinforced Polymers-SFRP*). Lo stampaggio a iniezione è il processo tecnologico più diffuso per la produzione di componenti realizzati con questi materiali. Durante il processo di fabbricazione le fibre si dispongono secondo orientamenti dettati dalla posizione assunta rispetto al profilo di velocità, per cui nel componente reale la resistenza meccanica dipende non solo da quella dei costituenti, ma anche dalla lunghezza e dalla disposizione delle fibre di rinforzo [1, 2]. Regole delle miscele e modelli analitici più accurati vengono spesso utilizzati per stimare il comportamento a partire da proprietà, quantità e direzione dei costituenti [3].

La direzione assunta dalle fibre nei polimeri rinforzati con fibre corte di vetro o di carbonio viene spesso descritta per mezzo di *tensori di orientamento* del secondo ordine, che possono anche essere ottenuti mediante software commerciali a partire dai tensori del quarto ordine risultanti dalle simulazioni del processo di stampaggio ad iniezione [4].

In alternativa, gli orientamenti preferenziali di una struttura possono essere descritti mediante cosiddetti *tensori fabric* del secondo ordine. In un materiale bifase, il *Mean Intercept Length (MIL)* è definito come la distanza media tra le interfacce, misurata lungo una certa direzione. Il luogo 3D dei valori *MIL*, ottenuto rappresentando il *MIL* in coordinate sferiche al variare della direzione di misura, può in generale essere approssimato mediante un ellissoide e quindi essere rappresentato in maniera equivalente tramite un tensore definito positivo del secondo ordine, chiamato *MIL fabric tensor*.

Questo approccio è comune nel campo della biomeccanica dell'osso spongioso, in cui l'architettura delle trabecole appare essere il principale responsabile dell'anisotropia del tessuto [5]. Una volta identificata la microstruttura ossea, ad esempio mediante tecniche microtomografiche [6-10], è possibile quantificarne le caratteristiche geometriche attraverso indici quali la frazione volumetrica, il grado di anisotropia e il *MIL fabric tensor*. L'apparato attraverso cui legare i tensori del quarto ordine che descrivono le proprietà elastiche ai tensori *fabric* del secondo ordine è stato sviluppato in [11] e [12]. Le relazioni così ottenute richiedono una calibrazione che, date le difficoltà intrinseche poste dalle prove sperimentali sui materiali biologici, viene eseguita di preferenza utilizzando modelli FEM derivati da ricostruzioni tomografiche ad alta risoluzione [13-16].

Nel caso di fibre organizzate lungo un numero finito di direzioni, il luogo del *MIL* è un poligono [17] e non è possibile ottenere una rappresentazione tensoriale equivalente [18]. Tuttavia, è stato recentemente dimostrato [19] che per gli SFRP è possibile identificare le direzioni preferenziali assunte localmente dalle fibre e i differenti gradi di anisotropia delle strutture attraverso il *MIL fabric tensor* ottenuto a partire da ricostruzioni microtomografiche 3D.

In questo lavoro viene esaminata la possibilità che il *MIL fabric tensor* possa essere impiegato per identificare le variazioni locali non solo dei parametri morfologici ma anche delle componenti elastiche dei compositi rinforzati con fibre corte. A questo fine sono stati analizzati sei volumi ottenuti in diverse posizioni all'interno di un campione di PA6-GF 30. I parametri del *MIL fabric tensor* sono stati confrontati con le proprietà elastiche locali negli stessi volumi, ottenute mediante un modello numerico basato sul Metodo delle Celle e applicato alle stesse ricostruzioni microtomografiche 3D utilizzate per il calcolo del *MIL*.

MATERIALE

Il campione esaminato è un composito (PA6 GF 30) a matrice polimerica termoplastica rinforzato con il 30% in peso di fibre di vetro di tipo E (raggio medio $5.25 \mu\text{m}$, deviazione standard $1 \mu\text{m}$, distribuzione gaussiana e lunghezza media $275 \mu\text{m}$, lunghezza massima 1.5 mm, distribuzione di tipo Weibull), ricavato una lastra ottenuta per stampaggio a iniezione (Fig.1).

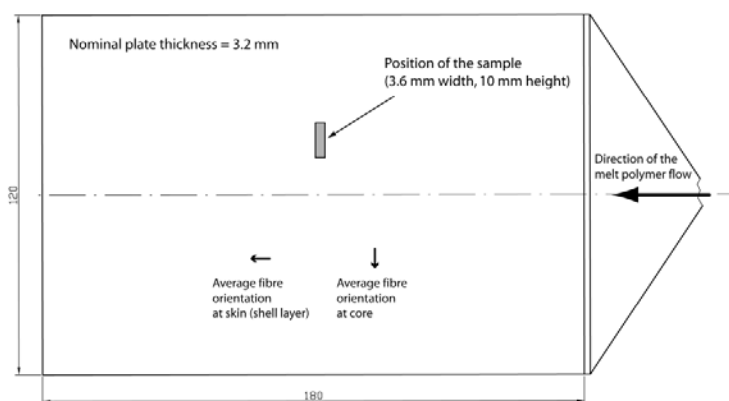


Figura 1: Posizione del campione all'interno della lastra (dimensioni in mm).

La struttura a strati tipica delle lastre iniettate di testa è stata in precedenza analizzata in [19] partendo dalle ricostruzioni 3D microtomografiche della struttura e caratterizzando i diversi strati mediante un parametro globale, il *Mean Intercept Length (MIL)*, e identificando le diverse distribuzioni di orientamento delle fibre conseguenti al processo tecnologico di stampaggio a iniezione.



In Fig.2 è riportato un esempio di sezione microtomografica (slice) del campione, ottenuta con luce di sincrotrone presso la linea SYRMEP di Elettra (Trieste). Nella stessa figura sono indicate le posizioni dei sei volumi (*Volume of Interest, VOI*) esaminati. I *VOI* S1, S2, S3 si trovano nello strato *shell* dove le fibre sono prevalentemente orientate lungo l'asse x , mentre C1, C2, C3 appartengono allo strato *core*, con fibre preferenzialmente dirette come z .

METODI

Analisi morfologiche

Il calcolo del *MIL* in una certa direzione viene effettuato sovrapponendo all'immagine 3D della ricostruzione microtomografica una griglia di linee parallele orientate e dividendo la lunghezza della griglia per il numero di transizioni fibra-matrice. Al variare l'orientazione della griglia si ottiene una rappresentazione 3D delle proprietà di anisotropia della struttura bifase. La caratterizzazione dei *VOI* mediante *MIL* è stata effettuata utilizzando il software Quant3D [21], mediando il risultato di 3 misure ottenute lungo 513 direzioni equispaziate con rotazione random iniziale, con campionamento *dense vectors* e griglia di 1000 linee, come discusso in dettaglio in [19].

Le ricostruzioni microtomografiche sono immagini in scala di tono di grigio a 8 bit e necessitano di segmentazione perché possano essere identificati i passaggi di fase per il calcolo del *MIL*. A questo scopo è stato fissato un unico valore di soglia, ricavato in modo tale da restituire il valore atteso di frazione volumetrica di fibra (V_f) nell'analisi dell'intero volume del campione ricostruito ($396 \times 343 \times 431$ voxel³, pari a $3.564 \times 3.087 \times 3.879$ mm³). Un esempio dell'effetto di questo processo su una delle slice è riportato in Fig.3.

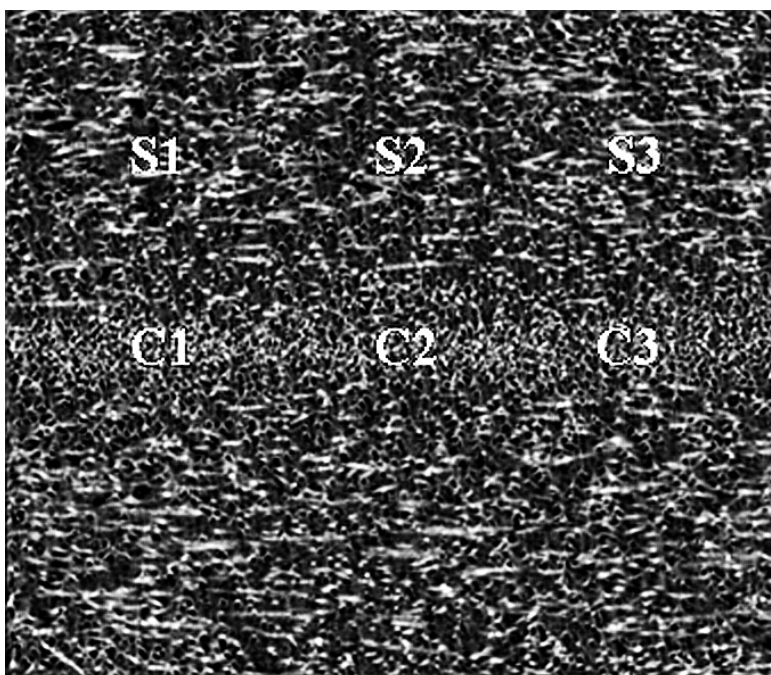


Figura 2: Sezione microtomografica del campione e posizione dei sei volumetti esaminati (sezione 396×343 pixel², risoluzione $9\mu\text{m}$).

Come già accennato, il luogo 3D del *MIL* può essere approssimato da un ellissoide e di conseguenza rappresentato da un tensore, il *MIL fabric tensor*, definito positivo del secondo ordine. All'interno di questa notazione compatta, gli autovettori *MIL* corrispondono alle direzioni principali della struttura anisotropa, mentre gli autovalori *MIL* sono una misura della distribuzione delle fibre lungo le direzioni principali. Un esempio di questa rappresentazione è riportato in Fig. 4, che riporta il diagramma del *MIL* misurato e il corrispondente ellissoide per il *VOI* S2. Per mettere in luce le proprietà di anisotropia legate al *MIL* è possibile definire un Indice di Anisotropia *MIL*, LA_{MIL} :

$$LA_{MIL} = 1 - \text{MIN}(H_i) / \text{MAX}(H_i)$$

per cui $LA_{MIL} = 0$ per perfetta isotropia, mentre all'estremo opposto si ha $LA_{MIL} = 1$.

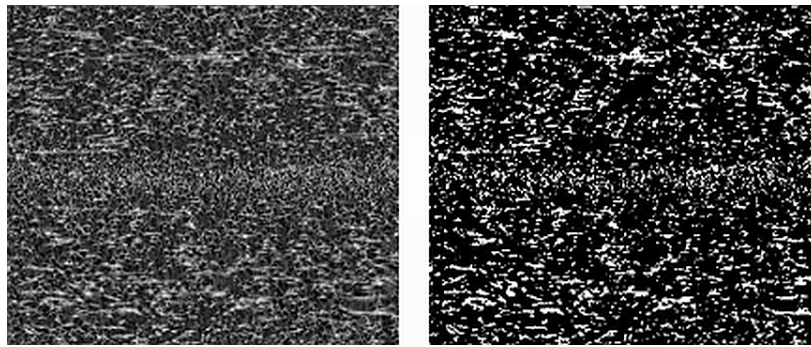


Figura 3: Effetto della segmentazione: prima (sinistra) e dopo (destra).

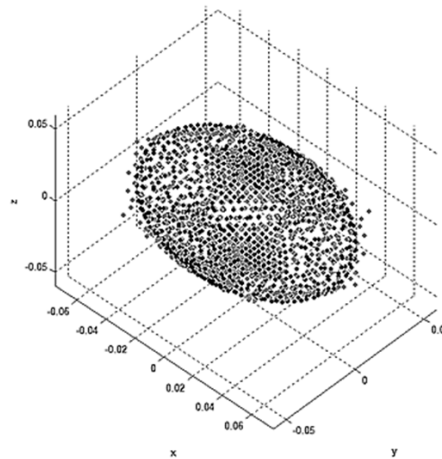


Figura 4: VOI S2 - Esempio di diagramma del MIL lungo le 513 direzioni di misura (grigio) e approssimazione mediante ellissoide lungo le stesse direzioni (nero).

Micromodelli strutturali

Un modello numerico, precedentemente sviluppato per l'analisi di campioni di osso trabecolare e basato su un'applicazione del metodo delle Celle, è stato utilizzato per ricavare i moduli elastici lungo gli assi dei volumi di interesse [22-26]. Le proprietà meccaniche delle singole celle di una mesh di 812905 celle tetraedriche con 141982 nodi sono state assegnate in base alla distribuzione dei componenti elementari, fibra e matrice, ricavata dalle ricostruzioni microtomografiche dei singoli VOI, ottenendo strutture diverse per ciascun volume di interesse. Si è assunto un comportamento elastico, omogeneo e isotropo dei componenti, con modulo di Young pari a 2GPa per la matrice e a 70 MPa per la fibra di vetro.

I tre moduli elastici apparenti $E_{CM,X}$, $E_{CM,Y}$, $E_{CM,Z}$ lungo le direzioni principali di anisotropia sono stati calcolati in circa 2.5 ore per ciascun VOI su un normale PC. Analogamente alla definizione data per la caratterizzazione morfologica, è stato definito un Indice di Anisotropia strutturale, IA_{CM} :

$$IA_{CM} = 1 - \text{MIN}(E_{CM,i}) / \text{MAX}(E_{CM,i}).$$

RISULTATI

Gli autovettori MIL sono risultati praticamente coincidenti con gli assi coordinati, con la prima direzione principale in corrispondenza dell'asse x nella regione *shell* ($\cos \alpha = 0.998$) e all'asse z nella regione *core* ($\cos \gamma = 0.989$). I parametri morfologici, la frazione volumetrica di fibra V_f e gli autovalori (normalizzati) del MIL *fabric tensor* sono riportati in Tab. 1.

I moduli elastici $E_{CM,X}$, $E_{CM,Y}$, $E_{CM,Z}$ predetti dal modello numerico nei diversi VOI sono riportati in Tab. 2.

Gli Indici di Anisotropia morfologico e strutturale sono confrontabili tra loro e mostrano tendenze simili nei diversi siti di regioni omologhe, con una tendenza all'allineamento maggiore nella regione *shell*, come mostrato in Tab. 3.



	<i>VOI</i>	V_f	H_1	H_2	H_3
SHELL	S1	0.16	0.43	0.33	0.24
	S2	0.15	0.44	0.32	0.24
	S3	0.20	0.47	0.32	0.22
CORE	C1	0.23	0.31	0.28	0.41
	C2	0.20	0.33	0.30	0.37
	C3	0.18	0.30	0.29	0.41

Tabella 1: Frazione volumetrica di fibra V_f e autovalori del *MIL fabric tensor* (primo autovalore in grassetto).

	<i>VOI</i>	E_{CM_X}	E_{CM_Y}	E_{CM_Z}
SHELL	S1	12.1	7.4	6.8
	S2	7.6	4.8	4.2
	S3	10.1	6.0	5.3
CORE	C1	7.1	5.8	9.9
	C2	6.7	5.8	8.3
	C3	9.5	9.4	13.8

Tabella 2: Risultati delle simulazioni (GPa, direzione principale in grassetto).

	SHELL			CORE		
	S1	S2	S3	C1	C2	C3
IA_{MIL}	0.44	0.45	0.52	0.32	0.19	0.29
IA_{CM}	0.44	0.45	0.48	0.42	0.30	0.32

Tabella 3: Indici di Anisotropia morfologico (IA_{MIL}) e strutturale (IA_{CM}).

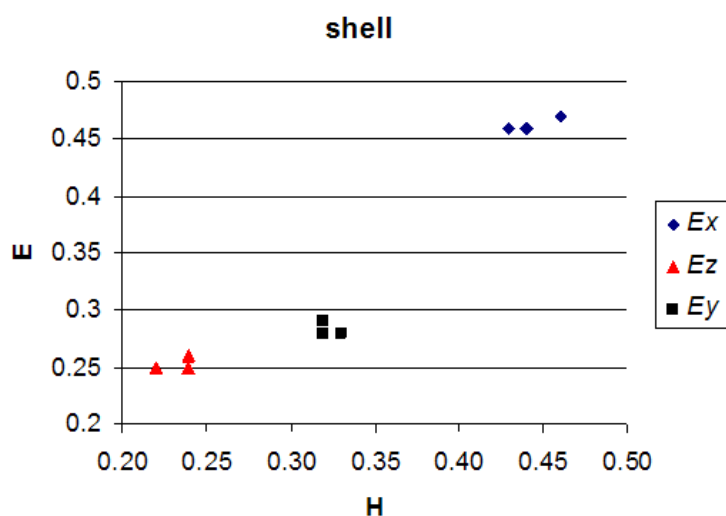


Figura 5: Autovalori *MIL* normalizzati (H_1, H_2, H_3) vs corrispondenti valori normalizzati dei moduli elastici (E_x, E_y, E_z) nella regione *shell*.



Considerando l'insieme dei sei *VOI*, i valori del *MIL* mostrano una scarsa correlazione con i moduli elastici predetti dal modello ($R^2 = 0.4799$), ma se i moduli elastici vengono a loro volta normalizzati in modo tale che $E_x + E_y + E_z = 1$, analogamente a quanto comunemente fatto per gli autovalori, la capacità degli autovalori *MIL* di predire i valori normalizzati dei moduli elastici nelle stesse direzioni diventa molto alta, con coefficiente di correlazione $R^2=0.9176$.

In particolare, in Fig. 5 è riportato il confronto tra i valori (normalizzati) degli autovalori *MIL* con i corrispondenti valori dei moduli elastici, nella regione *shell*. I campioni mostrano un comportamento quasi perfettamente trasversalmente isotropo.

In Fig. 6 è riportato lo stesso confronto per la regione *core*. Il comportamento quasi perfettamente trasversalmente isotropo in questi campioni risulta meno marcato.

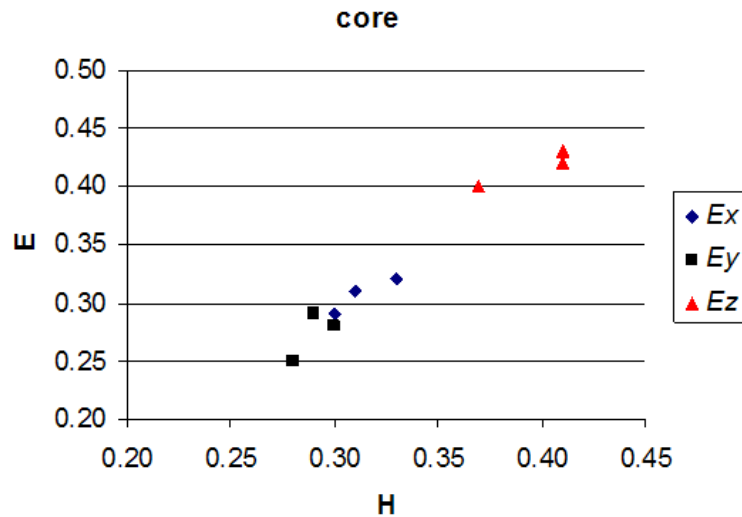


Figura 6: Autovalori *MIL* normalizzati (H_1, H_2, H_3) vs corrispondenti valori normalizzati dei moduli elastici (E_x, E_y, E_z) nella regione *core*.

CONCLUSIONI

In questo lavoro viene affrontato il problema della definizione di un legame generale tra parametri morfologici e proprietà elastiche in un composito a matrice polimerica rinforzato con fibre corte. Sono stati considerati i parametri del *MIL fabric tensor* e le proprietà elastiche locali, valutate mediante simulazioni con un modello numerico basato sul Metodo delle Celle.

Nonostante entrambi gli approcci si siano mostrati in grado di catturare le direzioni principali di anisotropia e le differenze locali tra le microstrutture, gli autovalori *MIL* non mostrano una correlazione significativa con i valori apparenti di modulo elastico. Tuttavia, se anche le componenti elastiche vengono normalizzate in modo analogo a quanto fatto comunemente per gli autovalori, il valore predittivo del *MIL* diventa molto alto e quasi il 92% delle variazioni dei moduli elastici normalizzati può essere attribuito ai cambiamenti degli autovalori *MIL* nelle stesse direzioni.

RINGRAZIAMENTI

L'autore ringrazia Andrea Bernasconi, Politecnico di Milano, che ha fornito il campione e ha contribuito in numerose discussioni con la sua conoscenza nel campo dei compositi rinforzati con fibre corte, e Diego Dreossi, Sincrotrone Trieste, per la preziosa collaborazione nell'acquisizione delle immagini. La ricerca è finanziata dal programma MIUR Prin 2007. Il brevetto USA 10/509,512 "Method to identify the mechanical properties of a material", su cui si basa il modello strutturale, è proprietà dell'Università di Trieste.

BIBLIOGRAFIA

[1] Y. Zhou, P.K.Mallick *Polym. Compos.*, 27 (2006) 230.



- [2] A. Bernasconi, P. Davoli, A. Basile, A. Filippi, *Int J Fatigue*, 29 (2007) 199.
- [3] D. Hull, T. W. Clyne, *An introduction to composite materials. Second Edition. Cambridge Solid State Science Series, Cambridge* (1996).
- [4] S.J. Cintra, C.L. Tucker, *J. Rheol.*, 39 (1995) 1095.
- [5] B. Van Rietbergen, A. Odgaard, J. Kabel, R. Huiskes, *J. Biomechanics*. 29, (1996) 1653.
- [6] R. Hodgkinson, J. D. Currey, *Proc. Inst. Mech. Eng [H]*, 204 (1)(1990) 15.
- [7] C.H. Turner, S.C. Cowin, J.Y. Rho, R.B. Ashman, J.C. Rice, *J. Biomech.*, 23 (1990) 549.
- [8] R.W. Goulet, S.A. Goldstein, M.J. Ciarelli, J.L. Kuhn, M.B. Brown, L.A. Feldkamp, *J Biomech.*, 27 (1994) 375.
- [9] A. Odgaard, *Bone*, 4 (1997) 315.
- [10] T. Uchiyama, T. Tanizawa, H. Muramatsu, N. Endo, H.E. Takahashi, T. Hara, *Bone*, 25 (1999) 487.
- [11] S. C. Cowin, *Mech. Mat.*, 4 (1985) 137.
- [12] P.K. Zysset, *J. Biomech*, 36 (2003) 1469.
- [13] B. Van Rietbergen, A. Odgaard, R. Huiskes, *J. Orth. Res.*, 16 (1998) 23.
- [14] J. Kabel, B. van Rietbergen, A. Odgaard, R. Huiskes, *Bone*, 25 (1999) 481.
- [15] J. Kabel, B. van Rietbergen, M. Dalstra, A. Odgaard, R. Huiskes, *J. Biomech.*, 32 (1999) 673.
- [16] J. Homminga, B. R. McCreddie, H. Weinans, R. Huiskes, *J. Biomech.*, 36 (2003) 1461.
- [17] G. M. Luo, A. M. Sadegh, S. C. Cowin, *J. Mat. Sci.*, 26 (1991) 2389.
- [18] A. Tözeren, R. Skalak, *J. Mat. Sci.*, 24 (1989) 1700.
- [19] A. Bernasconi, F. Cosmi, D. Dreossi, *Comp. Sci. Tech.*, 68 (2008) 2574.
- [20] A. Bernasconi, P. Davoli, D. Rossin, C. Armani, *Composites [A]*, 38 (2007) 710.
- [21] R.A. Ketcham, T.M. Ryan, *J. Microscopy*, 213 (2004) 158.
- [22] E. Tonti, *A Direct Discrete Formulation of Field Laws: The Cell Method, CMES*, 2 (2001) 237.
- [23] F. Cosmi, F. Di Marino, *Acta Bioeng. and Biomech.*, 3 (2001) 55.
- [24] F. Cosmi, *Theor. Appl. Fract. Mech.*, 42 (2004) 183.
- [25] F. Cosmi, D. Dreossi, *Meccanica.*, 42 (2007) 85.
- [26] F. Cosmi, N. Steimberg, D. Dreossi, G. Mazzoleni, *J. Mech. Behavior of Biom. Mat.*, 2 (2009) 164.