Etapa 4

Validarea metodelor de printare cu rășini reactive optimizate pentru realizarea componentelor structurale specifice

Obiectivele din planul de realizare al proiectului prevăzute pentru anul 2023

În cadrul Etapei 4 cu titlul *Validarea metodelor de printare cu răşini reactive optimizate pentru realizarea componentelor structurale specific* au fost prevăzute în planul de realizare următoarele activități și rezultate estimative verificabile.

Pentru întreaga etapă, rezultatele sunt stabilite astfel:

- 1. Validare în urma proiectării și încercării experimentale a materialelor optimizate printate.
- 2. Documentație de prezentare și omologare internă a prototipurilor de materiale printate.
- 3. Articole în reviste și în volumele unor conferințe naționale și internaționale.

Activitățile desfășurate de UPB prevăzute în planul de realizare sunt:

Activitatea 4.1

Testarea și caracterizarea tuturor eșantioanelor printate și compararea rezultatelor cu cele obținute numeric

Rezultat estimativ verificabil:

Validarea finală a rezultatelor obținute prin simulări numerice prin compararea cu cele obținute experimental

Activitatea 4.2

Analiza statistică a rezultatelor și integrarea rezultatelor experimentale în vederea îmbunătățirii procesului de printare

Rezultat estimativ verificabil:

Evaluarea statistică a rezultatelor și îmbunătățirea parametrilor de prototipare rapidă pentru realizarea de componente

Activitatea 4.3

Cuplarea rezultatelor obținute experimental și numeric cu proiectarea microstructurală pentru aplicații specifice ale componentelor structurale inginerești

Rezultat estimativ verificabil: Definitivarea condițiilor de prototipare rapidă pentru componente structurale specifice

Activitatea 4.4

Întocmirea documentației de prezentare a prototipurilor de materiale realizate cu microstructură controlată

Rezultat estimativ verificabil: Definitivarea prototipurilor de materiale cu microstructura controlata realizare prin prototipare rapidă cu cerneluri

Activitatea 4.5

Diseminare rezultate

Rezultat estimativ verificabil: *Publicarea de articole în reviste cu factor de impact ridicat.*

1. Testarea și caracterizarea tuturor eșantioanelor printate și compararea rezultatelor cu cele obținute numeric

(Activitatea 4.1)

1.1. Loturile de materiale tipărite și turnate în cadrul activităților de cercetare

Partenerul din Austria, BTO-Epoxy (BTO), a fost desemnat sa producă cernelurile reactive utilizate în cadrul proiectului. În prima etapă a proiectului din anul 2020 au fost propuse spre testare și tipărire trei sisteme (S4, S5, S6). În urma testelor inițiale a fost determinat ciclul termic de reticulare a celor trei sisteme și viscozitatea rășinilor, variația viscozității stabilită la 30 °C cu viteza de forfecare și cu turația. Joanneum Research - MATERIALS, directorul proiectului, a studiat raportul stoichiometric normal întăritor:rășină (hardener:base – H:B) care a fost determinat initial ca 1:2,75 (notat MR – mixing ratio) și s-au studiat efectele asupra proprietăților materialelor obținute a unui raport sub-stoichiometric și a unuia supra-stoichiometric. După această etapă s-a stabilit și varianta de sistem epoxidic potrivită pentru a fi folosită în procesul de prototipare cu jet de cerneală reactivă care a fost numit 4,5 – o combinație între sistemele 4 și 5 propuse inițial. Au fost studiate și posibile efecte de îmbătrânire asupra sistemului epoxi. Au fost realizate loturi de material turnate (casted) și tipărite (printed).

În a doua etapă din anul 2021, la sfârșitul lunii aprilie, Joanneum Research – MATERIALS a reușit o foarte bună tipărire la 60 °C cu rezoluții de tipărire de 600 dpi pentru B și 475 dpi pentru H, obținându-se un strat de grosime aproximativ 50 µm. Timpul de întărire al fiecărui strat (ansamblul rășină și întăritor) este de aproximativ 8 minute, după care un nou strat se poate tipări. Astfel au fost realizate eșantioane cu 6 straturi și o grosime de aproximativ 310 µm. Succesiune de tipărire a straturilor a fost notată B+H (B/H) ceea ce înseamnă primul strat B apoi urmând H sau H+B (H/B) pentru care succesiunea de aplicare a straturilor a fost schimbată. Toate eșantioanele au fost tipărite pe un substrat din PET (Melinex) de grosime 125 µm astfel încât să poată fi îndepărtate ușor pentru a fi apoi testate mecanic. Pentru eșantioane de grosime mai mare de 3 straturi, așadar >150 µm, este suficientă îndoirea substratului pentru a putea îndepărta eșantionul.

Joanneum Research – MATERIALS a tipărit inițial mai multe loturi de eşantioane cu 3, 6 și 10 straturi. Grosimea unui strat este de aproximativ 50 µm. Ulterior, au fost printate eşantioane cu 10 straturi în ordinea rășină (Base - B) apoi întăritor (Hardener – H) numită B/H sau ordinea a fost inversată, adică Întăritor (Hardener – H) apoi Rășină (Base - B) numită H/B. Au mai fost livrate și eşantioane turnate de grosime aproximativ 0,5 mm. Au fost încercate la tracțiune numai eşantioanele cu 10 straturi, de grosime totală aproximativă 0,5 mm, pentru grosimi mai mici fiind

foarte dificilă prelucrarea epruvetelor, dar mai ales testarea mecanică. În Tabelul 1.1, în care sunt prezentate toate loturile realizate experimental, primele teste au fost realizate pe loturile tipărite în luna iulie 2021 în 10 straturi în ordinea B/H sau H/B, respectiv B/H + H/B + B/H... pentru a alătura două straturi de întăritor (H) și două straturi de rășină (B). Încercările mecanice la tracțiune au fost realizate pe direcția de tipărire (*Longitudinal*) și perpendicular pe direcția de tipărire (*Transversal*) pentru a studia efectul direcției de tipărire. După aceste prime încercări s-a constatat că difuzia între straturi nu este suficient de bine realizată și s-a decis ca distribuția întăritorului să fie realizată prin picurarea de întăritor (H) – un pixel - într-un dreptunghi de dimensiuni specificate de rășină (B), până la sfârșitul anului 2021 fiind realizate variante cu dimensiuni de 3x3 și 5x5 pixeli, în ideea că întăritorul va difuza mai uniform în volumul de rășină care îl înconjoară și se va îmbunătăți comportarea mecanică a materialului realizat. Această variantă de tipărire nu a dat însă rezultate bune, difuzia întăritorului nefiind uniformă și s-a decis ca din următoarea etapă să se realizaze materiale tipărite gradate funcțional, respectiv stratul de întăritor (H) să fie interpus între 3, 5, 7 sau 9 straturi de rășină (B) succesive.

După mai multe etape cu iterații și ajustări, tipărirea s-a făcut folosind o platformă de tipărire Pixdro LP50 cu un ansamblu de două capete de tipărire – unul pentru rășină și celălalt pentru întăritor, fabricate de Suess Microtec de tip Spectra S-series fiecare având 128 de doze de tipărire. Capul de tipărire cu rășină de tip SL a avut o picătură cu volum de 80 pL, iar cel pentru întăritor de tip SM a avut volumul unei picături de 50 pL Tipărirea se realizează unidirecțional și bidirecțional la o rezoluție de 550 dpi, iar după optimizarea parametrilor de printare s-a obținut un raport de amestecare MR ca H:B = 1:2 (w/w) la aceeași rezoluție, raport stoichiometric care s-a considerat a fi bun, fiind apropiat de cel determinat inițial ca fiind teoretic optim. Acest raport de amestec a fost considerat ca referință. Alte rapoarte de amestecare sub- sau supra-stoichiometrice au fost obținute pe parcursul cercetărilor din cadrul proiectului.

În a treia etapă din anul 2022 (vezi Tabelul 1.1) s-a rafinat tehnologia de tipărire cu jet de cerneală fiind realizate epruvete cu gradare funcțională în plan și pe grosime.

Au fost luate în considerare patru tipuri de loturi de materiale tipărite (etichetate P), iar comportamentul lor este comparat cu mostrele turnate (etichetate C, respective casted) cu MR (raport de amestecare (mixing ratio, MR) nominal similar. Într-un articol trimis spre publicare în anul 2023 raportul MR s-a notat R:H, așa cum este descris în continuare. S-au realizat loturi de material printate cu gradare in plan și în afara planului, după cum urmează:

- Tip P1: Probe tipărite nominal ca fiind omogene cu diverse MR. Straturile individuale de R (R
 – resin) și H (H hardener) sunt depuse în secvența RH/RH... cu dpi-ul stratului H selectat
 astfel încât să atingă MR specificat în fiecare strat combinat RH. Cazul implicit este cel în care
 toate straturile sunt depuse în direcția Y, adică direcția vertical; direcția X este orizontală.
 Aceste eşantioane sunt notate cu P1-'MR', unde MR este raportul nominal de amestecare.
 Sunt de asemenea tipărite eşantioane de material cu direcția de imprimare alternativă, X și
 Y, în straturi succesive. Aceste loturi de material sunt notate cu P1-'MR'-XY.
- Tip P2: Probe tipărite cu gradare (variație) în plan la rapoarte de amestecare variabile. Stratul R este depus la 550 dpi. Folosind aceeași dpi, două straturi discontinue de H sunt depuse în direcțiile X și, respectiv, Y. Stratul de H este depus la fiecare al n-lea rând de picături fără întăritor depus între ele, așa cum se arată schematic în Fig. 1.1a. Raportul mediu de amestecare depinde de n și ia valorile de 5:1, 4:1 și 3:1 pentru n = 5, 4 și, respectiv, 3. Aceste eșantioane sunt notate ca P2-'MR'-XY-'n'p, de exemplu P2-3:1-XY-3p indică faptul că n = 3 care rezultă în MR = 3:1.
- Tip P3: Probe tipărite cu mod de tipărire similar în plan la un raport de amestec fix. Stratul R este depus la 550 dpi. Folosind aceeași dpi, m straturi de H sunt depuse suprapuse în direcția Y la fiecare al n-lea rând de picături fără întăritor depus între ele, așa cum se arată schematic

în Fig. 1.1b, astfel încât raportul mediu de amestecare să rezulte ca fiind 2:1. Aceste eşantioane sunt notate ca P3-'MR'-'n'p, de exemplu P3-2:1-3p indică o probă de raport de amestecare MR = 2:1 imprimată prin depunerea deasupra fiecărui strat de rășină R a 3 straturi de întăritor H la fiecare 3 rânduri de stropi.

Tip P4: Printare în afara planului – pentru a urmări efectul gradării funcționale a materialului tipărit - de straturi alternative de MR = 2:1 și MR = 4,5:1. Fiecare strat individual R și H este continuu și fiecare succesiune a raportului stoichiometric (2:1 sau 4,5:1) este considerată nominal omogenă, așa cum se prezintă în Fig. 1.1c. Materialul are structură simetrică în direcția grosimii, straturile exterioare având MR = 2:1. Acest mod de tipărire necesită imprimarea a 11 straturi. Eșantioanele sunt notate cu P4-2:1/4.5:1-out. A fost produsă și o variantă de acestui tip de material cu secvența gradată în afara planului formată din două straturi groase, cu 2 straturi de MR = 2:1 urmate de două straturi de MR = 4,5:1 etc. Aceste eșantioane sunt notate cu P4-2:1/4,5:1-2out (out în codificare însemnând în afara planului).



Fig. 1.1. Reprezentarea schematică a modurilor de tipărire (printed – P) a materialelor epoxidice eterogene de tipul: (a) P2, (b) P3 şi (c) P4. Dungile galbene reprezintă întăritorul (H – hardener) şi modul de poziţionare în strat. Stratul alb poziţionat dedesubt este format numai din răşină, nota R (resin). In această figură notarea MR este făcută ca R:H.

Eşantioanele din material turnat (printed) au fiecare o grosime a fiecărui strat (layer) turnat de aproximativ 500 μ m, fiind turnate succesiv 10 straturi pentru multe dintre loturile realizate, respectiv grosimea eşantionului din care sunt prelevate epruvetele ajungând să fie de 0,5 mm.

Ultimul lot de materiale tipărite trimise în anul 2022 a avut 60 de straturi, respectiv cu o grosime totală a succesiunii straturilor de aproape 3 mm.

În anul 2023 au fost turnate și tipărite pentru prima oară materiale cu nanoparticule de silica, notate în Tabelul 1.1 cu N67-N88. Acestea au fost turnate sau tipărite cu 21, 22 sau 26 de straturi. Deocamdată UPB a primit loturile numerotate N67-N70, toate fiind turnate. După încheierea proiectului cercetările vor continua și pe celelalte loturi de materiale.

Tabelul 1.1.	Loturile de material printate cu jet de cerneală și turnate
	de Joanneum Research – MATERIALS.

Sample	Date of	Ratio	Layers	Printing	Square Size /	Resolution	Print
Name	Fabrication	[H:B]	-	Order	Hardener	[dpi]	Direction
				B base	distribution		
				н	[Pixel]		
				hardener			

R4T_10a	30.07.2021		10	B/H			
R4T_10b	30.07.2021		10	B/H			
R4T_11a	30.07.2021		10	H/B			
R4T_11b	30.07.2021		10	H/B			
R4T_12a	30.07.2021		10	B/H + H/B			
				+ B/H			
R4T_12b	30.07.2021		10	B/H + H/B			
				+ B/H			
R4T_12c	30.07.2021		10	B/H + H/B			
				+ B/H			
R41_13a	20.10.2021		1	B/H	3x3		
R4T_13b	20.10.2021		1	B/H	3x3		
R4T_13c	20.10.2021		1	B/H	3x3		
R4T_13d	20.10.2021		1	B/H	3x3		
R4T_14a	20.10.2021		1	B/H	5x5		
R4T_14b	20.10.2021		1	B/H	5x5		
R4T_14c	20.10.2021		1	B/H	5x5		
R4T_14d	20.10.2021		1	B/H	5x5		
R4T_15a	20.10.2021		3	B/H	3x3		
R4T_15b	20.10.2021		3	B/H	3x3		
R4T_16a	20.10.2021		3	B/H	5x5		
R4T_16b	20.10.2021		3	B/H	5x5		
R4T_17a	21.10.2021		10	H/B + B/H			
				+ H/B			
R4T_17b	21.10.2021		10	H/B + B/H			
D 47 40	40.44.2024		10	+ H/B			
R41_18a	19.11.2021		10	B/H		550	
R41_18b	19.11.2021		10	B/H		550	
R41_19a	19.11.2021		10	B/H	3x3	600	
R4T_19b	19.11.2021		10	B/H	3x3	600	
R4T_20	19.11.2021		10	B/H	5x5	600	
R4T_21a	02.02.2022	1:2	10	B/H	Na	550	Y
R4T_21b	02.02.2022	1:2	10	B/H	Na	550	Y
R4T_22a	01.02.2022	1:2	10	B/(H x 3)	3	550	Y
R4T_22b	01.02.2022	1:2	10	B/(H x 3)	3	550	Y
R4T_23a	02.02.2022	1:2	10	B/(H x 5)	5	550	Y
R4T_23b	02.02.2022	1:2	10	B/(H x 5)	5	550	Y
R4T_24a	02.02.2022	1:2	10	B/(H x 7)	7	550	Y
R4T_24b	02.02.2022	1:2	10	B/(H x 7)	7	550	Y
R4T_24c	02.02.2022	1:2	10	B/(H x 7)	7	550	Y
R4T_25a	03.02.2022	1:2	10	B/(H x 9)	9	550	Y
R4T_25b	03.02.2022	1:2	10	B/(H x 9)	9	550	Y
R4T_25c	03.02.2022	1:2	10	B/(H x 9)	9	550	Y
R4T_26	04.02.2022	1:2	10	B/H	Na	550	X/Y
R4T_27	04.02.2022	1:2	10	B/(H x 9)	9	550	X/Y
R4T_28	11.02.2022	1:1.4	10	B/H	Na	550	Y

R4T_29	10.02.2022	1:2	10	B/H	Na	550	Y
R4T_30	11.02.2022	1:4.5	10	B/H	Na	550	Y
R4T_31	11.02.2022	1:5.4	10	B/H	Na	550	Y
R4T 32a	09.02.2022	1:1.4	Cast				
_			Sample				
R4T_32b	09.02.2022	1:1.4	Cast				
			Sample				
R4T_33a	14.02.2022	1:1.6	Cast				
			Sample				
R4T_33b	14.02.2022	1:1.6	Cast				
			Sample				
R4T_34a	16.02.2022	1:1.8	Cast				
			Sample				
R4T_34b	16.02.2022	1:1.8	Cast				
D 47 25	04 02 2022	1.20	Sample				
R41_35a	01.02.2022	1:2.0	Cast				
D/T 256	01 02 2022	1.20	Cast				
N41_550	01.02.2022	1.2.0	Sample				
R4T 36a	17.02.2022	1:2.75	Cast				
<u>_</u> 500	17.02.2022	1.2.75	Sample				
R4T 36b	17.02.2022	1:2.75	Cast				
		_	Sample				
R4T_37a	18.02.2022	1:3.6	Cast				
			Sample				
R4T_37b	18.02.2022	1:3.6	Cast				
			Sample				
R4T_38a	23.02.2022	1:4.5	Cast				
			Sample				
R4T_38b	23.02.2022	1:4.5	Cast				
			Sample				
R4T_39a	24.02.2022	1:5.4	Cast				
D4T 206	24.02.2022	1.54	Sample				
R41_390	24.02.2022	1:5.4	Cast				
P/T /0	05 05 2022	1 · 2	Sample			1	
N41_40	03.05.2022	1.2	11	D/U	Na		V
1141	02.00.2022	1.2 -	11	р/п	INd	(1.2) / 550-	r
		1:4.5 -				350 (1:4.5)	
		1:2				[B-H]	
N42	02.06.2022	1:2 -	11	B/H	Na	550-550	Y
		1:4.51:2		,		(1:2) / 550-	
		1:4.5 -				350 (1:4.5)	
		1:2				[B-H]	
N43	03.06.2022	2(1:2) -	11	B/H	Na	550-550	Y
		2(1:4.5) -				(1:2) / 550-	
		1:21:4.5				350 (1:4.5)	
		1:2 2(1				[B-H]	
		:4.5) -					
		2(1:2)					

N44	03.06.2022	2(1:2) -	11	B/H	Na	550-550	Y
		2(1:4.5) -				(1:2) / 550-	
		1:21:4.5				350 (1:4.5)	
		1:2 2(1				[B-H]	
		:4.5) -					
		2(1:2)					
N45	03.06.2022	1:5	10	B/H + H	5	550	Y/Y/X
N46	03.06.2022	1:5	10	B/H + H	5	550	Y/Y/X
N47	04.06.2022	1:4	10	B/H + H	4	550	Y/Y/X
N48	04.06.2022	1:4	10	B/H + H	4	550	Y/Y/X
N49	04.06.2022	1:3	10	B/H + H	3	550	Y/Y/X
N50	04.06.2022	1:3	10	B/H + H	3	550	Y/Y/X
N51a	14.06.2022	1:2	60	B/H	Na	550	Y
N51b	14.06.2022	1:2	60	B/H	Na	550	Y
N52a	17.06.2022	1:2	60	B/H	Na	550	Y/Y-Y/X-
							Y/Y-Y/X
N52b	17.06.2022	1:2	60	B/H	Na	550	Y/Y-Y/X- Y/Y-Y/X
N53a	28.06.2022	1:2-1:	61	B/H	Na	550-550 (1	Y
		4.5				: 2) / 550-	
						350 (1 :	
						4.5)	
N53b	28.06.2022	1:2-1:	61	B/H	Na	550-550 (1	Y
		4.5				: 2) / 550-	
						350 (1 :	
						4.5)	
N54	30.06.2022	2(1:2) -	62	B/H	Na	550-550 (1	Y
		2(1:4.5)				: 2) / 550-	
						350 (1:	
N55	01 07 2022	1 · 2	11	в/н	Na	4.5)	v
N56a	01.07.2022	1.5	60	в/н в/н	Na	550-250	v/v_v/y_
NJUA	04.07.2022	1.4.5	00	БЛТ	ING	330-330	Y/Y-Y/X
N56b	04.07.2022	1 : 4.5	60	B/H	Na	550-350	Y/Y-Y/X- Y/Y-Y/X
N57a	24.08.2022	1:3	Cast				, ,
			Sample				
N57b	24.08.2022	1:3	Cast				
			Sample				
N58a	25.08.2022	1:4	Cast				
			Sample				
N58b	25.08.2022	1:4	Cast				
N500	26 08 2022	1 ⋅ ⊑	Cast				
11350	20.00.2022	т.5	Sample				
N59b	26.08.2022	1:5	Cast				
		1.5	Sample				
N60	26.08.2022	1:3	11	B/H	Na	550 / 450	Y
						[B / H]	

N61	26.08.2022	1:4 (1 :3.9)	11	В/Н	Na	550 / 400 [B / H]	Y
N62	26.08.2022	1:5(1:	11	B/H	Na	550 / 350	Y
N63	26.08.2022	1:3.25	11	B/H	Na	550 / 433	Y
N64	08.09.2022	1:2	Cast Sample				
N65	09.09.2022	1 : 4.5	Cast Sample				
N66	12.09.2022	1 : 5.4	Cast Sample				
N67a	15.12.2022	1 : 2 [6% Modified NP]	Cast Sample				
N67b	15.12.2022	1 : 2 [6% Modified NP]	Cast Sample				
N68a	12.01.2023	1 : 4.5 [6% Modified NP]	Cast Sample				
N68b	12.01.2023	1 : 4.5 [6% Modified NP]	Cast Sample				
N69a	01.02.2023	1:2	Cast Sample				
N69b	01.02.2023	1:2	Cast Sample				
N70a	02.02.2023	1 : 4.5	Cast Sample				
N70b	02.02.2023	1 : 4.5	Cast Sample				
N71	08.02.2023	1 : 3 [6% Modified NP]	Cast Sample				
N72	08.02.2023	1:3	Cast Sample				
N73	09.02.2023	1 : 4.5 [11% Modified]	Cast Sample				
N74	13.02.2023	1 : 3 [8% Pristine NP]	Cast Sample				
N75	13.02.2023	1 : 3 [4.4% Modified NP]	Cast Sample				
N76	14.02.2023	1:3[6%	Cast				

		Pristine NP]	Sample				
N77	10.02.2023	1 : 3 [6% Modified NP]	22	В/Н/Н	ERROR	550 / 550	Y/Y/X
N78	15.02.2023	1 : 3 [6% Modified NP]	21	В/Н/В/Н	Na	550 / 450 [B / H]	Y/Y/Y/X [B/H/B/H]
N79	15.02.2023	1 : 3 [8% Modified NP]	26	B/H/B/H	Na	550 / 450 [B / H]	Y/Y/Y/X [B/H/B/H]
N80 (1)	22.02.2023	1 : 2 [6% Modified NP]	Cast Sample				
N81 (2)	22.02.2023	1 : 2 [6% Pristine NP]	Cast Sample				
N82 (3)	22.02.2023	1:2	Cast Sample				
N83 (4)	22.02.2023	1 : 3 [8% Modified NP]	Cast Sample				
N84 (5)	22.02.2023	1 : 3 [8% Pristine NP]	Cast Sample				
N85 (6)	22.02.2023	1:3	Cast Sample				
N86	28.02.2023	1 : 3 [8% Modified NP]	Cast Sample				
N87	23.02.2023	1 : 3 [8% Modified NP]	26	B/H/H	3	550 / 550	Y/Y/X [B/H/H]
N88	24.02.2023	1 : 3 [6% Modified NP]	26	В/Н/Н	3	550 / 550	Y/Y/X [B/H/H]

1.2. Rezultate experimentale pentru eşantioanele turnate cu nanoparticule de silica în diverse rapoarte stoichiometrice

Sistemul de testare a fost îmbunătățit pe două planuri. Unul constructiv, astfel încât cadrul sistemului a fost realizat din profile de aluminiu, acestea fiind mult mai rigide decât cele ale sistemului folosit în etapa anterioară a proiectului. Totodată s-au introdus două lagăre noi la jumătatea cadrului pentru da o mai bună stabilitate în plan vertical a sistemului de acționare. În Fig. 1.2 este prezentat cadrul de aluminiu al sistemului de testare împreună cu sistemul Dantec µDIC care folosește corelarea digitală a imaginii. Eșantioanele de material turnate au fost pentru început N67 și N68, primul la raport stoichiometric (MR) normal, iar al doilea având MR de 1:4,5 respectic mai multă rășină, raportul fiind sub-stoichiometric.



Fig. 1.2. Sistemul de încercare la tracțiune folosit împreună cu sistemul Dantec µDIC.

În Fig. 1.3 sunt reprezentate curbele caracteristice convenționale pentru cinci epruvete din lotul N67 și curba caracteristică medie, iar în Fig. 1.4 curbele similar sunt reprezentate pentru locul N68 cu raport sub-stoichiometric. Rezistența la rupere scade și alungirea la rupere crește destul de mult, de la 8-10% până la peste 20%.



Fig. 1.3. Curbele caracteristice ale epruvetelor N67b, impreuna cu curba medie.



Fig. 1.4. Curbele caracteristice ale epruvetelor N68b, impreuna cu curba medie.

În Fig. 1.5 sunt comparate numai curbele caracteristice convenționale medii. Rezistența la rupere scade în medie la jumătate și alungirea la rupere se dublează.



Fig. 1.5. Curbele caracteristice medii pentru loturile testate N67 și N68. Valorile obținute sunt date în Tabelul 1.2 pentru N67 și Tabelul 1.3 pentru N68.

	Coof Doisson	Rezistența la	Modul de	Limita de
N67b	r 1	rupere	elasticitate	curgere
	[-]	[MPa]	E [MPa]	[MPa]
1	0,39023	59,369	2854,706	44,391
2	0,39289	60,745	2869,353	46,973
3	0,39297	63,232	3958,436	50,745
4	0,38135	66,318	2742,917	56,514
5	0,37974	68,259	3080,791	51,284
Medie	0,38743	63,585	3101,241	49,9814
Coeficient de variație	1,654935	5,846605138	15,94546	9,236949

Tabelul 1.2. Principalele proprietăți de material obținute pentru lotul N67.

Tabelul 1.3. Principalele proprietăți de material obținute pentru lotul N68.

	Coef.	Rezistența	Modul de	Limita de
N68b	Poisson	la rupere	elasticitate	curgere
	[-]	[MPa]	E [MPa]	[MPa]
2	0,37907	40,744	1770,336	33,967
6	0,37512	38,063	1690,2	28,705
7	0,36364	37,975	1440,829	35,498
8	0,33567	36,687	1632,154	30,088
9	0,3539	36,687	1505,36	26,724
Medie	0,36148	38,031	1607,776	30,9964
Coeficient de variație	4,83871	4,355879	8,354783	11,78969

În Tabelul 1.4 se prezintă imagini ale câmpului deformațiilor specifice principale obținute cu sistemul Dantec de corelare digitală a imaginii, la începutul testului, la mijloc și la sfărșitul acestuia, fiind reprezentat ultimul cadru înainte de rupere.

Epruveta	La inceput testului	La mijlocul testului	La finalul testului
N67b1	13 14 13 14 14 14 14 14 14 14 14 14 14 14 14 14	14 14 15 16 16 16 16 16 16 16 16 16 16 16 16 16	Le Presedente
N67b2		ариана ариан	d
N67b3			1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1
N67b4	a constraints of the second se	24 24 24 25 25 26 26 26 26 26 26 26 26 26 26 26 26 26	2 3 3 3 4 4 4 4 4 4 4 4 4 4 4 4 4 4 4 4
N67b5	1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1	And	U

Tabelul 1.4. Deformațiile specifice principale măsurate cu sistemul de corelare digitală a imaginiiDantec.



Pentru lotul N67, materialul fiind mult mai fragil, se observă tendința de formare a unor benzi de alunecare prin forfecare la aproximativ 45°. La N68 acest fenomen nu se observă înainte de rupere.

Loturile N69 și N70 nu conțin nanoparticule din silica, raporturile stoichiometrice fiind cel normal 1:2 pentru N69 și 1:4,5 pentru N70, alese similar cu cele pentru loturile precedente. Pentru lotul N69, în mod ciudat, pentru una dintre epruvetele testate la tracțiune alungirea la rupere a ajuns la aproximativ 40%, iar rezistența la rupere a fost, cum era de așteptat, cea mai mică. Pentru celelalte epruvete alungirea la rupere este de 6-7%.





Fig. 1.6. Curbele caracteristice medii pentru loturile testate N69b şi N70b.

Fig. 1.7. Curbele caracteristice ale epruvetelor N70b, impreuna cu curba medie.

Valorile obținute sunt date în Tab	lul 1.5 pentru l	N69 și Tabelul 1.6	pentru N70
------------------------------------	------------------	--------------------	------------

	Coef.	Rezistența	Modul de	Limita de
N69b	Poisson	la rupere	elasticitate	curgere
	[-]	[MPa]	E [MPa]	[MPa]
1	0,37217	52,2965	2217,971	47,217
2	0,35977	54,854	2552,885	47,220
3	0,36605	58,011	2823,592	49,713
5	0,37025	68,118	3315,374	55,685
6	0,37114	70,975	3288,04	58 <i>,</i> 633
Medie	0,367876	60,8509	2839,572	51,6936
Coeficient de variație	1,384533	13,5643	16,67072	10,05473

Tabelul 1.5. Principalele proprietăți de material obținute pentru lotul N69.

Tabelul 1.6. Principalele proprietăți de material obținute pentru lotul N70.

	Coef.	Rezistența	Modul de	Limita de	
N70b	Poisson	la rupere	elasticitate	curgere	
	[-]	[MPa]	E [MPa]	[MPa]	
1	0,38975	36,07	1265,076	34,584	
2	0,3838	34,888	1313,258	33,894	
3	0,38366	38,592	1482,554	35,1772	
4	0,39422	41,696	1618,74	35,693	
5	0,39501	43,39	1644,362	43,379	
Medie	0,389288	38,9272	1464,798	36,54544	
Coeficient de variație	1,401534	9,27777	11,7857	10,601305	

Tabelul 1.7 prezintă imagini ale câmpului deformațiilor specifice principale obținute cu sistemul Dantec pentru loturile N69b și N70b, la începutul testului, la mijloc și la sfărșitul acestuia, fiind reprezentat ultimul cadru înainte de rupere. Din nou, pentru materialul mai fragil N69b apare la epruvetele testate tendința de localizare a deformațiilor specific sub forma unor benzi de lunecare.



Tabelul 1.7. Deformațiile specifice principale măsurate cu sistemul de corelare digitală a imaginiiDantec.

N69b6		
N70b1		
N70b2		
N70b3		
N70b4		



În Fig. 1.8 sunt arătate curbele caracteristice medii pentru loturile N69b și N70 b, iar în Fig. 1.9 sunt reprezentate curbele medii pentru cele două rapoarte stochiometrice cu nanoparticule de silica (N67b și N68b) și fără nanoparticule (N69b și N70b). Loturile de material turnat fără nanoparticule au o ductilitate mai mică decât cele cu nanoparticule, rezultatul acesta fiind încurajator, adăugarea nanoparticulelor fiind benefică. Rezistența la rupere scade, cum era de așteptat, dacă raportul stoichiometric crește.



Fig. 1.8. Curbele caracteristice medii ale epruvetelor N69b şi N70b.





1.3. Compararea rezultatelor experimentale cu cele obținute numeric

Modelul numeric dezvoltat în etapa anterioară folosește pe post de model constitutiv datele experimentale precedente obtinute cu rapoarte stoichiometrice *c* diferite. Se consideră un pătrat cu latura *x*. În centrul acestui patrat se depune hardener în forma unui cerc cu diametrul 1/x. În cazurile printate, *x* = 3 si 5. Se aplică condiții la limită de periodicatea în plan, în ambele direcții și modelul este încărcat uniaxial. Modelul este stare plană de tensiune.

Pentru descrierea constitutivă este mai mult de spus. În testele reale, cantitatea de întăritor care se depune în cercul discutat este cx^2 , unde c este raportul stoichiometric corect. Adică se depune atât hardener încât să produca raportul corect, c, pe întreaga suprafață de x^2 dacă ar fi imprăștiată uniform. Dar, dat fiind că împrăștierea întăritorului (hardenerului) nu este uniformă, raportul stoichiometric o sa fie neuniform pe suprafața pătratului. Acest parametrul necunoscut poate fi investigat cu modelul de față. În consecinta, sunt două cazuri extreme și unul intermediar:

(i) când distribuția hardenerului este perfectă, caz în care se obține compoziția corectă peste tot și nu există eterogeneitate - acest caz nu merită simulat pentru ca o să rezulte chiar comportarea experimentală a epoxiului cu raport *c*; (ii) cazul opus este cel în care întăritorul nu se împrăștie deloc, deci în zona cercului o să fie un raport super-stoichiometric cx^2 , iar în rest nu avem întăritor deloc. Nici cazul asta nu merită modelat pentru că zona dinafara cercului o sa fie fluidă;

(iii) singurul caz (practic, extrem) care merită simulat este cel în care pe marginea pătratului care conține cercul se obtine un raport stoichiometric de circa 0.7c și în rest, raportul crește gradual pe măsură ce te apropii de centru. Se poate lua o distribuție liniară pe raza, cu valoarea 2c în centrul cercului și 0.7c pe marginea pătratului (dacă se integrează distribuția discutată pe suprafața pătratului, ar trebui să se obțină cx^2). Au fost printate și apoi determinate curbele caracteristice pentru rapoarte stoichiometrice mai mici de c, până la 0.7c. Din păcate nu se dispune de curbele pentru rapoarte mai mari de c - se pare că proprietățile se degradează și dacă rația locală este peste c. Astfel, se pot considera proprietăți diferite la zone inelare concentrice. Putem defini câteva zone concentrice corespunzand la 2 în centru până la 0.7c pe margine. Modelul trebui să conducă la același rezultat și pentru x = 3 si x = 5, ceea ce nu este chiar intuitiv. Proprietățile acestor zone concentrice sunt definite direct prin curba tensiune-deformație. Rolul acestui model este de a indica dacă metoda folosită poate duce la variații mari ale comportamentului global sau nu.

S-au considerat distribuții de material "tare"/"moale" în volume reprezentative (RVE) ale structurilor periodice 2D de formă dreptunghiulară sau pătrată cu două plane de simetrie, dar şi câteva distribuții în geometrie triungiulară şi hexagonală care se reduc la zone dreptunghiulare şi pentru care condițiile la limită ale structurilor periodice se pot aplica mai simplu. Acestea, în zece variante de distribuție predefinită ("patern") au fost rulate şi prezentate în Cap. 3 al raportului precedent, dar rezultatele obținute nu au fost prelucrate şi interpretate în detaliu.

Reamintim că toate cele zece modele au fost definite și proiectate într-un spațiu cu 16 dimensiuni, adică pixelii de diferite forme, pătrat, romb, hexagonali și circulari, deși formează distribuții complexe sunt controlați doar de 16 locații predefinite de așezare. Dependența rezultatelor de finețea discretizării a fost înlăturată prin analize de convergență și discretizări adaptate fiecărui caz în parte. Totodată, deoarece rulările au fost efectuate pentru toate posibilitățile de așezare a materialului, dar și pentru toate fracțiile volumice posibile ale variantelor alese, se poate afirma că distribuțiile prezentate în continuare sunt cele mai eficiente pentru a obține una dintre proprietățile de interes practic. Astfel s-au creat funcții specializate în Matlab cu ajutorul cărora s-au extras proprietăți extreme ale distribuțiilor de material proiectate.

Pentru fiecare distribuție de materiale, s-au salvat cele nouă elemente ale matricei de rigiditate C_{ij} , i = 1, 2, 3; j = 1, 2, 3; a materialului 2D omogenizat, care descrie legea constitutivă de material:

	$\overline{\sigma}_{x}$		C_{11}	C_{12}	C_{13}	$\left(\overline{\mathcal{E}}_{x} \right)$	
ł	$ar{\sigma}_{_y}$	} =	C_{21}	C_{22}	C_{23}	$\left\{ \overline{\mathcal{E}}_{y} \right\}$	}.
	$\overline{\tau}_{xy}$		C_{31}	C_{32}	C_{33}	$\left(\overline{\gamma}_{xy}\right)$	

(1.1)

Distibuția de materiale s-a descris print-un vector al combinărilor COMB(1:16), unde fiecare componentă conține 1 pentru materialul "moale" sau 2 pentru materialul "tare". În plus s-au salvat și densitatea ρ a materialului omogenizat, precum și fracția volumică din materialul "tare".

Pentru materialul moale - rășina, s-a considerat convențional $E_1 = 100$ MPa; $v_1 = 0,4$ și $\rho_1 = 1200$ kg/m³, iar pentru materialul tare - întăritorul, s-a considerat $E_2 = 10000$ MPa; $v_2 = 0,2$ și $\rho_2 = 3200$ kg/m³ pentru a obține un contrast mai pronunțat între proprietățile celor două materiale de bază.

Fiecare set de rulări din Tabelul 1.8 (fiecare linie), se compune din 17 rulări efective, în care fracția volumică a materialului tare pleacă de la 0, contiuă cu 1/16, 2/16, 3/16, ..., 15/16 și se încheie

cu 1 pentru pixelii poligonali și cu valori mai reduse pentru pixelii circulari, deoarece aceștia acoperă o zonă mai redusă din poligonul în care se înscrie.

Var	Distribuția și numele directorului în care sunt salvate rezultatele	Spațiul necunoscutelor în optimizare	Formă "pixeli"	Există simetrie reflexivă: 0 = Nu 1 = Da - = Nu e cazul	Materialul din zona fixă sau la exeriorul pixelilor circulari	Număr de cazuri analizate
1	PIXELI_IN_DREPTUNGHI_PBC	4 x 4 =16	Pătrați	-	-	65536
			Circulari	-	1	65536
2	PIXELI_ROMB_IN_HEXAGON	4 x 4 =16	Romb	-	-	65536
			Circulari	-	1	65536
3	PIXELI_PATRATI_IN_PATRAT	4 x 4 =16	Pătrați	-	-	65536
			Circulari	-	1	65536
4	PIXELI_TRIUNGH_IN_HEXAGON	16	Triunghiulari	0	-	65536
			Circulari	0	1	65536
			Triunghiulari	1	-	65536
			Circulari	1	1	65536
5	PATRAT_DUBLAT_ROTIT	4 x 4 =16	Pătrați	-	-	65536
			Circulari	-	1	65536
6	PIXELI_HEXAGONALI_IN_PATRAT	4 x 4 =16	Hexagonali	0	-	65536
			Circulari	0	1	65536
			Hexagonali	1	-	65536
			Circulari	1	1	65536
7	PIXELI_HEXAGONALI_IN_TRIUNGHI	15 - vol fract. variabil	Hexagonali	0	-	32768
			Circulari	0	1	32768
			Hexagonali	1	-	32768
			Circulari	1	1	32768
8	FELII_CIRCUMF_HEXAGON	16	Circumf.	-	-	65536
			Hexagonali			
9	FELII_RADIALE_HEXAGON	16	Trapezoidal de	0	1	65536
			arie A = const	0	2	65536
				1	1	65536
				1	2	65536
10	PIXELI_Q4_IN_HEXAGON	4 x 4 =16	Q4	0	1	65536
				0	2	65536
				1	1	65536
				1	2	65536
					Total	1.769.472

Inversa matricei de rigiditate din relația (1.1) a materialului omogenizat

$$\begin{cases} \overline{\varepsilon}_{x} \\ \overline{\varepsilon}_{y} \\ \overline{\gamma}_{xy} \end{cases} = \begin{bmatrix} S_{11} & S_{12} & S_{13} \\ S_{21} & S_{22} & S_{23} \\ S_{31} & S_{32} & S_{33} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \overline{\sigma}_{x} \\ \overline{\sigma}_{y} \\ \overline{\tau}_{xy} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{1}{E_{x}} & -\frac{V_{yx}}{E_{y}} & \frac{\eta_{x,xy}}{G_{xy}} \\ -\frac{V_{xy}}{E_{x}} & \frac{1}{E_{y}} & \frac{\eta_{y,xy}}{G_{xy}} \\ \frac{\eta_{xy,x}}{E_{x}} & \frac{\eta_{xy,y}}{E_{y}} & \frac{1}{G_{xy}} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \overline{\sigma}_{x} \\ \overline{\sigma}_{y} \\ \overline{\tau}_{xy} \end{bmatrix},$$

(1.2)

este matricea de flexibilitate sau complianță, în care se pun în evidență constantele de material în sistemul de axe inițial, al modelului.

Atât matricea de rigiditate cât și cea de complianță sunt simetrice. Din calcul, având în vedere erorile de calcul generate de discretizări cu număr limitat de elemente, pot rezulta mici diferențe de simetrie. Acestea pot fi un indicativ al preciziei de calcul, iar valoarea corectă se consideră media aritmetică a acestora.

Indicele de anizotropie elastic 2D folosit pentru caracterizarea globală a materialului este definit prin relația

$$A_{SU} = \sqrt{\left[\frac{1}{4}\left(C_{11} + C_{22} + 2C_{12}\right)\left(S_{11} + S_{22} + 2S_{12}\right) - 1\right]^{2} + \left[\frac{1}{16}\left(C_{11} + C_{22} - 2C_{12} + 4C_{33}\right)\left(S_{11} + S_{22} - 2S_{12} + 4S_{33}\right) - 1\right]^{2}}.$$
(1.3)

Atunci când indicele de anizotropie $A_{SU} = 0$ (sau $A_{SU} \rightarrow 0$), materialul devine izotrop transversal.

1.3.1. Structuri periodice cu pixeli încadrați într-un dreptunghi (pătrat)

Se consideră o structură periodică 2D infinită, pentru care RVE conține NE_x =4 pixeli pe orizontală și NE_y = 4 pixeli pe verticală. (Fig. 1.10). Pixelii de formă pătratică sau circulară se dispun în general într-un dreptunghi (sau pătrat). Fiecare pixel poate să fie din material moale sau tare. Zonele din afara pixelilor circulari se consideră obligatoriu din material moale. Pentru controlul distribuției de material fiecare pixel din RVE se identifică printr-un număr.

Numărul de pixeli din material tare și raza pixelului circular se consideră date de intrare. Raza maximă a pixelului circular se limitează în raport cu pătratul în care se înscrie pentru a nu obține elemente finite distorsionate. În analizele de față pixelul circular are o arie de 0.75 din aria pătratului în care se înscrie.





(b) Pixeli circulari - între pixeli se consideră acelaşi material, aici materialul cel mai moale

Fig. 1.10. RVE cu NE_x =4 și NE_y = 4, pixeli care formează structuri 2D periodice.

Pentru prelucrarea rezultatelor obținute prin modelare, s-au folosit mai multe modalități de prezentare a rezultatelor global pentru câte un set de rezultate dintre cele 17, pentru toate rezultatele sau pur și simplu s-au căutat anumite extreme printre seturi sau pentru toate rezultatele din fiecare variantă de calcul.

4. Întocmirea documentației de prezentare a prototipurilor de materiale realizate cu microstructură controlată

(Activitatea 4.4)

Controlul microstructurii se poate realiza prin impunerea unor simetrii periodice prin care volumul reprezentativ al elementului (RVE – representative volume element) se repetă prin condiții de periodicitate impuse. Astfel, se propun mai multe prototipuri de materiale care să aibă microstructura controlată în vederea obținerii unor proprietăți mecanice superioare.

4.1. RVE cu pixeli încadrați într-un pătrat rotit de patru ori

Se consideră un domeniu 2D cu simetrie periodică (Fig. 4.1) în care celula care se repetă (RVE) este pătrată cu simetrie "tetragonală" (sau "cubică") din două sau mai multe materiale diferite. Deoarece celula este pătrată condițiile de periodicitate (PBC) se aplică simplu.

Dacă se reține RVE din Fig. 4.1 atunci pixelii care trebuie controlați pentru a păstra simetria sunt doar în zona de bază 1/4 din RVE - cadranul 1. Folosind numerotarea propusă se poate implementa algoritmul de optimizare în mod similar cu cele anterioare, cu mențiunea că un "pixel curent" este înlocuit cu un număr de pixeli dispuși după regula prezentată în Fig. 4.1b.



Fig. 4.1. Forma (pătrat sau circulară) și numerotarea "pixelilor" care definesc un RVE.

Deși materialul omogenizat rezultă "cubic" conform teoriei, în implementarea de față se folosesc tot trei cazuri de încărcare. Din acest exemplu de structuri periodice particulare rezultă avantajul folosirii în optimizare a unui singur caz de încărcare așa cum s-a demonstrat anterior.

4.2. RVE hexagonal cu pixeli triunghiulari sau circulari încadrați într-un triunghi rotit de şase ori sau cu simetrie reflexivă și rotit de trei ori

Se consideră o structură periodică 2D (Fig. 4.1) pentru care pixelii din RVE, de formă triunghiulară se dispun într-un hexagon cu $NE_x = 4$ pixeli pe fiecare latură. Fiecare pixel poate să fie teoretic din alt material, dar practic, în acest raport, din material moale sau tare. Celulele hexagonale se obțin prin rotire sau reflexie și rotirea zonei de bază așa cum se prezintă în Fig. 4.2.

Regula de numerotare aleasă pentru zona de bază se prezintă în Fig. 4.3 pentru pixelii de formă triunghiulară.

Elementele finite din componența pixelilor pot fi patrulatere cu patru noduri Q4 sau patrulatere cu opt noduri Q8. De regulă, pentru creșterea preciziei elementele Q8 sunt preferate. Discretizările inițiale cu număr minimal de elemente finite patrulatere, riguros controlate pot fi "rafinate" astfel încât fiecare element finit patrulater este împărțit în alte patru elemente finite patrulatere. Discretizări controlate au fost realizate și pentru pixelii de formă circulară dispuși după aceeași regulă (Fig. 4.2).

Numărul de pixeli din fiecare material, precum și raza pixelului circular se consideră date de intrare. Raza maximă a pixelului circular se limitează în raport cu triunghiul în care se înscrie pentru a nu obține elemente finite distorsionate. Pixelul circular asigură o arie maxim posibilă de 0.6046 din aria triunghiului în care se înscrie, dar practic acest coeficient se limitează la 0.55.

Pentru distribuția particulară (culorile pixelilor) considerată în zona de bază din Fig. 4.2,b în cele două variante de generare rezultă structurile periodice cu pixeli circulari din Fig. 4.3 care "seamănă" cu cele din Fig. 4.2.









Fig. 4.2. Celula hexagonală cu pixeli triunghiulari

Fig. 4.3. Celula hexagonală cu pixeli circulari. Materialul dintre pixelii circulari se consideră moale. 4.3. RVE cu pixeli pătrați sau circulari încadrați într-un pătrat dublat și rotit

Se consideră un domeniu 2D cu simetrie periodică (Fig. 4.4) în care celula care se repetă (RVE) este pătrată obținută din zona de bază prin copiere la stânga și apoi cele două pătrate se rotesc 180°. Deoarece RVE este de formă pătrată condițiile de periodicitate (PBC) se aplică simplu.

Dacă se reține RVE din Fig. 4.3 (vezi Fig. 4.4) atunci pixelii care trebuie controlați pentru a păstra simetria sunt doar în zona de bază 1/4 din RVE - cadranul 1. Folosind numerotarea propusă se poate implementa algoritmul de optimizare în mod similar cu cele anterioare, cu mențiunea că un "pixel curent" este înlocuit cu un număr de pixeli dispuși după regula prezentată în Fig. 4.4b.



Fig. 4.4. Forma (pătrat sau circulară) și numerotarea "pixelilor" care definesc RVE din Fig. 4.3.

Numărul de pixeli din fiecare material, precum și raza pixelului circular se consideră date de intrare. Raza maximă a pixelului circular se limitează în raport cu pătratul în care se înscrie pentru a nu obține elemente finite distorsionate. Pixelul circular asigură o arie maxim posibilă de 0.785 din aria pătratului în care se înscrie, dar practic acest coeficient se limitează la 0.75 deoarece elementele finite dintre zonele circulare prezintă distorionări.

4.4. RVE cu pixeli hexagonali sau circulari încadrați într-un dreptunghi de bază dublat și rotit sau reflectat de două ori

Se consideră un domeniu 2D cu simetrie periodică (Fig. 4.4) în care celula care se repetă (RVE) este dreptunghiulară obținută din zona de bază prin copiere verticală în jos și apoi cele două dreptunghiuri se rotesc 180° sau zona de bază se reflectează de două ori. Deoarece RVE este de formă dreptunghiulară condițiile de periodicitate (PBC) se aplică simplu.

Dacă se reține RVE din Fig. 4.4 (vezi Fig. 4.5 și Fig. 4.6) atunci pixelii care trebuie controlați considerând modul de obținere a lor sunt doar în zona de bază 1/4 din RVE - cadranul 1. Folosind numerotarea propusă se poate implementa algoritmul de optimizare în mod similar cu cele anterioare, cu mențiunea că un "pixel curent" este înlocuit cu un număr de pixeli dispuși după regula prezentată în Fig. 4.5a.





(a) RVE cu pixeli hexagonali

(b) Numerotarea pixelilor în zona de bază

1

2

1

Fig. 4.5. RVE cu numerotarea pixelilor hexagonali. Se observă că din condiții pe periodicitate anumiți pixeli se înjumătățesc iar cel din colțuri se "formează" din patru sferturi.



(a) RVE cu pixeli hexagonali

(b) Numerotarea pixelilor în zona de bază

Fig. 4.6. RVE din Fig. 4.4b și numerotarea pixelilor circulari.

Numărul de pixeli din fiecare material, precum și raza pixelului circular se consideră date de intrare. Raza maximă a pixelului circular se limitează în raport cu hexagonul în care se înscrie pentru a nu obține elemente finite distorsionate. Pixelul circular asigură o arie maxim posibilă de 0.90689 din aria hexagonului în care se înscrie, dar practic acest coeficient se limitează la 0.88 pentru a evita apariția elementelor distorsionate excesiv.

Elementele finite din componența pixelilor pot fi patrulatere cu patru noduri Q4 sau patrulatere cu opt noduri Q8. De regulă, pentru creșterea preciziei elementele Q8 sunt preferate. Discretizările inițiale cu număr minimal de elemente finite patrulatere, riguros controlate pot fi "rafinate" astfel încât fiecare element finit patrulater este împărțit în alte patru elemente finite patrulatere. Discretizări controlate au fost realizate și pentru pixelii de formă circulară dispuși după aceeași regulă (Fig. 4.6).

Aceste microstructuri controlate constituie o propunere pentru etapele practice care urmează a fi realizate în tipărirea unor configurații cu raport stoichiometric fix. Astfel tipărirea în plan și cu gradient în afara planului în straturi succesiveprezentate în capitolul 1 poate fi îmbunătățită prin astfel de discretizări controlate la nivelul microstructurii care să beneficieze de simetrii de dispunere a materialului de bază (rășinii) și a întăritorului pentru îmbunătățirea proprietăților mecanice ale materialelor tipărite cu rășini.

5. Diseminare rezultate

(Activitatea 4.5)

În cadrul proiectului, în etapa 3 (din anul 2022) a fost prezentată ca rezumat de două pagini și poster o lucrare cu rezultatele numerice obținute în cadrul etapei, la *38th Danubia-Adria Symposium on Advances in Experimental Mechanics (DAS 38)*, Poros, Grecia, 20–23 septembrie, 2022. Această lucrare, în formă completă, a fost acceptată urmând a fi publicată, având referința:

Vasile A., Coropețchi I.A., Constantinescu, D.M., Sorohan Şt., Picu C.R., Simulated annealing algorithms used for microstructural design of composites, Materials Today Proceedings, indexată WOS, 2023

O altă lucrare a fost prezentată tot ca poster în anul 2022 la 6th International Conference on Design and Technologies for Polymeric and Composite Products (POLCOM 2022), organizată în UPB, în perioada 23-26 noiembrie 2022. Lucrarea a fost acceptată și va apărea ca articol în revista Macromolecular Symposia, editată de Wiley cu factor de impact 0,9 în 2022.

Vasile A., Coropețchi I.A., Constantinescu, D.M., Sorohan Şt., Picu C.R., Efficiency of simulated annealing algorithms used for improving the in-plane stiffness of inkjet printed composites, Macromolecular Symposia, Wiley, 2023

Pe baza rezultatelor numerice obținute în cadrul proiectului pentru materiale gradate funcțional a fost publicat un articol în revista indexată în bazele de date internaționale *Index Copernicus* și *MathSciNet* cu referința

Sorohan Şt., Constantinescu, D.M., Tailoring of functionally graded spheres using a uniform stress condition, The Romanian Journal of Technical Sciences. Applied Mechanics, **68**, *1*, 81-96, 2023

Cel mai important articol, care se bazează pe rezultatele obținute în urma cercetărilor experimentale realizate în cadrul proiectului, având 15 autori membri ai echipelor de cercetare partenere din Austria și din Romania (UPB), este în fază finală de recenzie. Articolul va apărea în revista ACS Applied Polymer Materials având un factor de impact în anul 2022 de 4,855. Referința este

Krawczyk K., Wheeldon A., Kamble M., Popovic K., Patter P., Postl M., Belegratis M., Sieberer M., Bandl C., Kern W., Constantinescu D.M., Baciu F., Stochioiu C., Apostol D.A., Picu C.R., Additive Printing of Thermally Cured Two Component Epoxy: A Route to Mesoscale Structuring for Improved Ductility, ACS Applied Polymer Materials, 2023

Din echipa de cercetare au fost implicate în activitățile de cercetare din această etapă trei personae sub 35 ani, dintre care doi doctoranzi în stagiu.

6. Concluzii

Tipărirea aditivă a materialelor polimerice cu rășini s-a făcut folosind o platformă de tipărire Pixdro LP50 cu un ansamblu de două capete de tipărire – unul pentru rășină și celălalt pentru întăritor, fabricate de Suess Microtec de tip Spectra S-series fiecare având 128 de doze de tipărire. Tipărirea s-a realizat unidirecțional și bidirecțional la o rezoluție de 550 dpi, iar după optimizarea parametrilor de printare s-a obținut un raport de amestecare MR ca H:B = 1:2 (w/w) la aceeași rezoluție, fiind apropiat de cel determinat inițial ca fiind teoretic optim. Acest raport de amestec a fost considerat ca referință. Alte rapoarte de amestecare sub- sau supra-stoichiometrice au fost obținute pe parcursul cercetărilor din cadrul proiectului. În a treia etapă din anul 2022 (vezi Tabelul 1.1) s-a rafinat tehnologia de tipărire cu jet de cerneală fiind realizate epruvete cu gradare funcțională în plan și pe grosime.

Au fost luate în considerare patru tipuri de loturi de materiale tipărite (etichetate P), iar comportamentul lor este comparat cu mostrele turnate (etichetate C, respective casted) cu MR (raport de amestecare (mixing ratio, MR) nominal similar.

Eşantioanele din material turnat (printed) sau tipărit au avut pentru multe dintre loturile realizate 10 straturi, respectiv grosimea eşantionului din care sunt prelevate epruvetele ajungând să fie de 0,5 mm. Ultimul lot de materiale tipărite trimise în anul 2022 a avut 60 de straturi, respectiv cu o grosime totală a succesiunii straturilor de aproape 3 mm.

În această etapă au fost turnate și tipărite pentru prima oară materiale cu nanoparticule de silica, notate în Tabelul 1.1 cu N67-N88. Acestea au fost turnate sau tipărite cu 21, 22 sau 26 de straturi. Deocamdată UPB a primit a primit de la Joanneum Researtch – MATERIALS loturile numerotate N67-N70, toate fiind turnate. Sistemul de testare experimentală a fost îmbunătățit pe două planuri. Unul constructiv, astfel încât cadrul sistemului a fost realizat din profile de aluminiu, acestea fiind mult mai rigide decât cele ale sistemului folosit în etapa anterioară a proiectului. Totodată s-au introdus două lagăre noi la jumătatea cadrului pentru da o mai bună stabilitate în plan vertical a sistemului de acționare. În Sistemul Dantec µDIC care folosește corelarea digitală a imaginii a permis observarea unor aspect de detaliu privind câmpul tensiunilor și al deformațiilor pentru fiecare dintre materialele testate.

Simulările numerice prezentate în primul capitol al raportului tehnic au considerat distribuții de material "tare"/"moale" în volume reprezentative (RVE) ale structurilor periodice 2D de formă dreptunghiulară sau pătrată cu două plane de simetrie, dar și câteva distribuții în geometrie triungiulară și hexagonală care se reduc la zone dreptunghiulare și pentru care condițiile la limită ale structurilor periodice se pot aplica mai simplu. Acestea, în zece variante de distribuție predefinită ("patern") au fost rulate și prezentate în capitolul 3 al raportului precedent, dar rezultatele obținute nu au fost prelucrate și interpretate în detaliu.

Astfel, fiecare set de rulări din Tabelul 1.8 (fiecare linie), se compune din 17 rulări efective, în care fracția volumică a materialului tare pleacă de la 0, contiuă cu 1/16, 2/16, 3/16, ..., 15/16 și se încheie cu 1 pentru pixelii poligonali și cu valori mai reduse pentru pixelii circulari, deoarece aceștia acoperă o zonă mai redusă din poligonul în care se înscrie.

Reamintim că toate cele zece modele au fost definite și proiectate într-un spațiu cu 16 dimensiuni, adică pixelii de diferite forme, pătrat, romb, hexagonali și circulari, deși formează distribuții complexe sunt controlați doar de 16 locații predefinite de așezare. Dependența rezultatelor de finețea discretizării a fost înlăturată prin analize de convergență și discretizări

adaptate fiecărui caz în parte. Totodată, deoarece rulările au fost efectuate pentru toate posibilitățile de așezare a materialului, dar și pentru toate fracțiile volumice posibile ale variantelor alese, se poate afirma că distribuțiile prezentate în continuare sunt cele mai eficiente pentru a obține una dintre proprietățile de interes practic. Astfel s-au creat funcții specializate în Matlab cu ajutorul cărora s-au extras proprietăți extreme ale distribuțiilor de material proiectate.

Implementarea modelului a fost costisitoare, necesitând un efort de documentare considerabil, dar rezultatele obținute precum și cele prezentate în acest raport sunt realiste și efectul distribuției materialului conform modelului implementat duce la concluzii importante. Trebuie menționat că UPB este singurul partener din consorțiu care realizează simulări numerice.

Capitolul 2 (activitatea 4.2) a realizat o analiză statistică a distribuțiile analizate pentru o structură periodică 2D cu RVE și integrarea rezultatelor experimentale în vederea îmbunătățirii procesului de printare cu 4x4 pixeli pătrați și circulari prin realizarea unor diagrame polare de variație a proprietăților mecanice ale materialelor omogenizate. Rezultatele obținute în urma analizei cu elemente finite au fost extrase din toate realizările posibile rulate cu un cod special conceput în Ansys APDL au fost interpretate statistic folosind funcții special create în mediul Matlab. Volumul de rezultate este extrem de mare. Toate proprietățile materialelor omogenizate sunt corecte și se încadrează între limita superioară (Voigt) și cea inferioară (Reuss). S-a constatat că pixelii de formă pătrată, care asigură continuitate mai bună între pixeli din același material în comparație cu pixeli de formă circulară, pot conduce la materiale cu proprietăți mecanice superioare. Structurile formate din pixeli circulari nu pot conduce la materiale cu grad foarte mare de anizotropie.

Capitolul 3 este dedicat unor posibile aplicații inginerești. S-au analizat toate posibilitățile de alegere a fracțiilor volumice pentru toate RVE analizate, rezultând astfel un număr foarte mare de realizări care poate fi folosit într-un algoritm de "machine learning". O parte dintre variantele de alegere a RVE au fost inspirate din literatura de specialitate iar restul au fost rezultatul acumulărilor obținute în timpul analizării primelor. Pentru posibile viitoare analize, implementările efectuate permit introducerea mai multor seturi de materiale pentru pixelii din spațiul de lucru (în cazul de față, maxim 16 materiale deoarece s-a lucrat pe un spațiu de lucru cu doar 16 pixeli. Totodată, modelele descrise în acest capitol au fost implementate în algoritmi de optimizare bazați pe metoda greedy și funcțiile de optimizare dezvoltate până în prezent.

Capitolul 4 (activitatea 4.4) sugerează modul de întocmire a unei documentații de prezentare a prototipurilor de materiale realizate cu microstructură controlată prin simetrii controlate benefice în vederea îmbunătățirii proprietăților mecanice a materialelor obținute. Controlul microstructurii se poate realiza prin impunerea unor simetrii periodice prin care volumul reprezentativ al elementului (RVE – representative volume element) se repetă prin condiții de periodicitate impuse. Astfel, se propun a fi realizate mai multe prototipuri de materiale care să aibă microstructura controlată.

Rezultatele experimentale și numerice obținute ne confirmă posibilitatea atingerii scopului de a tipări materiale cvasi-omogene cu proprietăți comparabile cu ale materialelor turnate. Rolul simulărilor numerice și a optimizărilor pe care le-am efectuat este de a îmbunătăți modalitățile de tipărire a materialelor prin controlul microstructurii în timpul procesului de tipărire. Distribuția nanoparticulelor de silica se va face în continuare controlat, pe baza rezultatelor obținute prin simulări numerice și apoi prin determinarea comportării mecanice a acestor materiale prin încercări experimentale în vederea îmbunățățirii proprietăților mecanice a materialelor tipărite cu jet de cerneală reactivă.