

# Politecnico di Torino

Corso di Laurea Magistrale in Ingegneria Meccanica A.A. 2024/2025 Sessione di Laurea: Marzo/Aprile 2025

# Studio sperimentale sul comportamento piezoresistivo a fatica di un composito a matrice polimerica rinforzato con fibre corte di carbonio

**Relatori**:

Ciampaglia Alberto Ciardiello Raffaele Paolino Davide Salvatore Candidato: Anastasio Giorgio

# Sommario

Abs	stract.		0
1.	Intro	oduzione	1
2.	Mate	eriali e Procedure	6
2	.1	Materiali	6
2	.2	Preparazione dei campioni	9
	2.2.1	Scelta della geometria e taglio	9
	2.2.2	Posizionamento degli elettrodi	11
2	.3	Prove e misurazione in-situ della resistenza elettrica	16
3.	Risu	ltati	20
3	.1	Test meccanici a fatica	20
	3.1.1	Creep ciclico e riduzione del modulo elastico	20
	3.1.2	Analisi statistica del comportamento a fatica	29
	3.1.3	Danneggiamento	33
3	.2	Analisi della risposta piezoelettrica	36
	3.2.1	Comportamento elettromeccanico a fatica	36
	3.2.2	Valutazione del danno attraverso la resistenza elettric	a45
4.	Con	clusioni	50
I.	Bibli	ografia	54

# Abstract

Lo studio analizza le caratteristiche piezoresistive e meccaniche a fatica di un polimero termoplastico (PA66) rinforzato con fibre corte di carbonio e vetro, prodotto per stampaggio ad iniezione. Il lavoro esplora il comportamento a fatica congiuntamente alla risposta elettrica del materiale al fine di definire una correlazione tra l'aumento di resistenza elettrica ed il danneggiamento progressivo. Le prove sono condotte sottoponendo il materiale a carico uniassiale ciclico con intervalli di tensione pari al 40, 50, 60 e 70% del limite di rottura; la resistenza è misurata tramite un impedenzimetro con la tecnica della sonda a quattro punti. Il danneggiamento del materiale è correlato alla variazione del modulo elastico osservata durante i test. Le prove sono effettuate su campioni orientati a 0° e 90° rispetto alla direzione di stampaggio. I dati mostrano che in prossimità del cedimento, la rigidezza del materiale diminuisce mediamente del 3.5% e del 4.5% - per i provini a 0° e 90° - mentre la resistenza aumenta del 150% e del 75% rispettivamente. I risultati ottenuti confermano che il monitoraggio della resistenza elettrica si dimostra essere un valido indicatore dell'integrità strutturale di un componente sottoposto all'azione di carichi ciclici nel tempo.



# 1. Introduzione

La fatica nei materiali è stata identificata, da parte della comunità scientifica, come causa critica di molti cedimenti strutturali già da parecchi decenni [1].

Con fatica ci si riferisce a quel fenomeno meccanico che conduce alla rottura di un materiale sottoposto all'azione ciclica di un carico (sia periodica che casuale) anche nel caso in cui il suddetto carico applicato risulti inferiore al limite di snervamento o di rottura.

Numerose campagne sperimentali sono state condotte per cercare di caratterizzare al meglio il comportamento a fatica di molti materiali strutturali. Con il progredire della tecnologia, da un lato si è riusciti a semplificare la lo studio e la misurazione delle loro caratteristiche e proprietà, grazie ad una crescente facilità nel condurre esperimenti e a nuovi e più precisi macchinari di prova, dall'altro sono stati introdotti svariati materiali che hanno portato alla luce nuove complessità. Nonostante tutto, ancora oggi, le teorie sulla fatica, sono, di fatto, empiriche. Molti dei modelli ed equazioni relativi al danno e alla vita residua sono, per lo più, "cuciti su misura" a partire dai dati sperimentali ottenuti dai test effettuati.

La richiesta sempre maggiore di materiali caratterizzati da ottime proprietà meccaniche unita alla ricerca finalizzata alla minimizzazione del peso dei componenti ha portato all'utilizzo su larga scala di leghe e materiali compositi. Tra questi, i materiali polimerici rinforzati hanno destato molto interesse nella comunità scientifica.



#### 1. Introduzione

Le plastiche rinforzate si presentano con una struttura non omogenea, sono anisotrope e difficilmente seguono un comportamento lineare ben definito [2,3]. La grande malleabilità che le caratterizza permette il loro impiego in svariati campi e consente di produrre componenti di dimensioni e geometrie molto diversi tra loro. L'additivazione del polimero attraverso rinforzanti differenti in base alle proprie necessità è il punto forte e più di interesse dei compositi. A seconda del materiale utilizzato come filler e dalle finalità ricercate, è possibile migliorare determinate proprietà intrinseche o integrare nuove funzionalità al materiale tradizionale [4–6].

Lo studio del comportamento a fatica dei compositi polimerici è iniziato parallelamente all'introduzione di questi materiali in campo ingegneristico-strutturale. Sin dai primi esperimenti sono state comprese le diverse tipologie di danneggiamento, quali la delaminazione, il cedimento della matrice, la rottura delle fibre o la crescita dei vuoti [7]. Nonostante questa conoscenza, rimane estremamente complicato identificare accuratamente il loro effetto sulla vita a fatica dei componenti.

Sotto questo aspetto, Chanda et al. [8] hanno studiato l'effetto delle dimensioni delle particelle di nerofumo sulla vita a fatica di provini in gomma. È stato mostrato come all'aumentare delle dimensioni, la resistenza meccanica e la durata a fatica diminuiscano e che la dimensione del riempitivo influenza la dimensione del precursore della cricca. Belmonte et al. [9] hanno investigato l'influenza della frazione volumica delle fibre sui meccanismi di danneggiamento sotto carico ciclico nella poliammide (PA66) rinforzata con fibre corte di vetro. Gli autori hanno effettuato dei test con carico uniassiale su diversi provini con percentuale in peso di fibre variabile da 0% a 50%, dimostrando che all'aumentare del contenuto,



migliorano sia la resistenza alla nucleazione a fatica delle cricche sia la vita a fatica del materiale.

I polimeri sottoposti a carichi ciclici presentano generalmente un comportamento viscoelastico. I loop di isteresi possono subire variazioni durante le prove di fatica in controllo di carico, evolvendo in modo autonomo o interagendo tra loro. In particolare, si osservano comunemente tre effetti principali: traslazione dei cicli di isteresi (creep ciclico), variazione dell'inclinazione dei cicli (irrigidimento o rilassamento del materiale) e aumento dell'area dei cicli (maggiore smorzamento ed energia dissipata) [10].

Il comportamento viscoelastico dei polimeri è fortemente influenzato dalla frequenza di applicazione del carico. A basse frequenze, non si verifica un significativo aumento della temperatura, ma il materiale rimane per più tempo sotto carico massimo, favorendo effetti di creep e riducendo la durata a fatica. Un incremento della frequenza, al contrario, può essere vantaggioso poiché i polimeri tendono a comportarsi in modo più elastico, mostrando una maggiore rigidezza apparente. Tuttavia, è fondamentale evitare il riscaldamento per isteresi del polimero, che potrebbe compromettere significativamente la vita a fatica del materiale [1,11,12].

Negli ultimi decenni, gli effetti dell'additivazione di diversi polimeri con particelle di carbonio sono stati largamente studiati. È stato mostrato da diversi autori che l'utilizzo di questi riempitivi può essere adottato per migliorare notevolmente le proprietà del composito, quali la rigidezza, la resistenza e la durezza [13–17].

L'utilizzo di riempitivi a base di carbonio ha reso possibile la modifica delle proprietà elettriche dei compositi a matrice polimerica. Gli obiettivi



possono variare, spaziando dal miglioramento della conducibilità elettrica fino ad applicazioni avanzate, come la misurazione delle deformazioni o il monitoraggio della salute strutturale dei componenti [18–24]. In letteratura è stato dimostrato che, per attivare le capacità conduttive nei polimeri, è necessario superare determinate percentuali di riempitivo. Altri hanno dimostrato che è possibile attivare elettricamente i polimeri anche rimanendo sotto a questi valori di soglia attraverso diverse tecniche, tra cui l'impiego del laser (Laser Induced Graphene) [25–31].

I materiali piezoresistivi variano la loro resistività elettrica in risposta allo sforzo o alla deformazione meccanica applicata. In letteratura è stato già largamente dimostrato che esiste una buona correlazione tra la variazione della resistenza elettrica e le proprietà meccaniche dei materiali, grazie anche alla facilità con cui si riesce a rilevare le variazioni di conducibilità attivate da carichi/deformazioni di trazione, compressione o di flessione.

Il materiale utilizzato in questo studio è un composito a base di nylon, arricchito con fibre corte di carbonio e di vetro. Questa combinazione conferisce al materiale ottime proprietà meccaniche ed elettriche, rendendolo particolarmente interessante per applicazioni strutturali avanzate.

In letteratura si è riscontrato un approfondimento limitato su questo materiale, soprattutto per quanto riguarda le sue eccellenti caratteristiche piezoelettriche. Questo risulta di particolare interesse per applicazioni di monitoraggio strutturale, ma le informazioni disponibili sono ancora scarse e frammentarie.



## 1. Introduzione

Nel presente studio verranno, quindi, investigate la riduzione del modulo elastico in concomitanza con il comportamento elettromeccanico a diversi livelli di carico e con due orientazioni delle fibre differenti: 0° e 90°. L'obiettivo è caratterizzare a fatica il composito e rilevare le variazioni delle proprietà elettriche per valutare la sua validità come indicatore per il monitoraggio dell'integrità strutturale durante la vita in opera del materiale.



# 2.1 Materiali

Il composito testato è una poliammide 66 (PA66) commerciale con fibre corte di carbonio (23%wt) e di vetro (28%wt) per un ammontare totale in peso del 51%. Questo materiale è commercializzato con il nome RTP 299 X 128318 (RTP, USA) e presenta una densità finale di 1.43 g/cm<sup>3</sup>.

Attraverso la tecnica della stampa ad iniezione sono state fabbricate piastre quadrate di lato 152 mm e spessore 2.2 mm. Prima dell'estrusione, i pellets sono stati essiccati per 4 ore a 80°C. Il polimero fuso è stato iniettato ad una pressione di 1000 bar e una temperatura di 290°C, mentre la temperatura dello stampo è stata impostata a 100°C utilizzando una configurazione ottimizzata del produttore.

Ciampaglia A. et al. [32] hanno mostrato come le piastre presentino una microstruttura simmetrica lungo lo spessore, comunemente definita struttura shell-core-shell, osservabile in **Figura 2.1**. Nella parte centrale -il nucleo - le particelle sono disposte trasversalmente rispetto alla direzione di iniezione, mentre l'orientazione delle fibre nella zona del guscio - shell coincide con il flusso del materiale. La parte più superficiale presenta uno strato sottile dove le fibre assumono una configurazione randomica a causa dell'attrito viscoso tra il materiale e le pareti dello stampo.





*Figura 2.1.a)* Micrografia della sezione trasversale vicino alla zona di iniezione; b) al centro della piastra [32].

Il materiale è caratterizzato da un comportamento anisotropo, con le proprietà meccaniche che variano significativamente in base alla direzione di applicazione del carico rispetto alla direzione del flusso di iniezione. Ciò è dovuto al fatto che il guscio occupa una zona maggiore rispetto al nucleo e allo strato superficiale, influenzando maggiormente la risposta del materiale dipendentemente dalla disposizione delle fibre.

A 0° rispetto la direzione di iniezione, la resistenza a rottura risulta essere il 60% più grande rispetto a quella ottenuta nel caso di un'orientazione di taglio a 90°. Questi valori sono stati scelti come punto di partenza per i diversi livelli di carico utilizzati in questo lavoro (**Figura 2.2a-b**).





Figura 2.2a) Diagramma sforzo-deformazione per le tre orientazioni studiate; b) Modulo elastico (sinistra), tensione massima di rottura (centro) e allungamento a rottura (sinistra) del composito per le tre orientazioni.

Politecnico di Torino

# 2.2 Preparazione dei campioni

# 2.2.1 Scelta della geometria e taglio

La forma dei provini è stata scelta secondo la normativa ASTM D638-14 [33]. Questa suggerisce una geometria a osso di cane, funzione dello spessore del materiale. A causa di limitazioni dovute alle dimensioni e al numero di piastre in possesso, come geometria finale è stata selezionata quella corrispondente al provino denominato "Type IV". Questa tipologia presenta una larghezza nominale di 6 mm nella zona ristretta con lo spessore coincidente con quello della piastra. È stato così possibile ricavare otto campioni totali da ogni piastra. In **Figura 2.3** e Tabella **2.1** sono riportate le dimensioni caratteristiche dei provini.

Attraverso il software di modellazione SolidWorks è stata ottimizzata la disposizione dei campioni all'interno della piastra, ciò ha permesso di



Figura 2.3. Disegno del provino Type IV e relative dimensioni utilizzate.



LO <sup>1</sup> [mm]	115
WO [mm]	19
L [mm]	33
W [mm]	6
RO [mm]	25
R [mm]	14

Tabella 2.1. Dimensioni caratteristiche adottate secondo normativa.

ottenere il maggior numero di provini facendo sì che la parte ristretta di quest'ultimi fosse posizionata il più possibile al centro, dove la direzione del flusso, e quindi delle fibre, risulta più omogenea. I provini sono stati posizionati dividendoli in due gruppi principali: il primo con i campioni coincidenti con la direzione di iniezione mentre nel secondo posizionati trasversalmente ad essa (**Figura 2.4**).

Il taglio è stato effettuato utilizzando la macchina a getto d'acqua abrasivo WAZER Desktop. I parametri di taglio sono stati ottimizzati importando da SolidWorks il file CAD in formato DXF sul software online Wazercam. Questo software permette la selezione della tipologia di materiale utilizzato e del percorso di taglio da adottare (interno, centrale o esterno rispetto le linee del disegno). Dopo aver fornito questi dati, si seleziona la qualità del taglio desiderata e si genera il file che verrà letto dalla macchina.



<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>LO - Length Overall; WO - Width Overall; L - gauge Length; W - g. Width; RO - Outer Radius; R - Radius of fillet. [33]



Figura 2.4. Posizione dei provini all'interno della piastra per il taglio con la Wazer. a) Orientazione a 0°; b) Orientazione a 90°.

# 2.2.2 Posizionamento degli elettrodi

La lettura della resistenza elettrica del materiale sotto carico è stata eseguita fissando i cavi elettrici alla superficie del provino tramite due elettrodi costituiti da una pasta conduttiva in argento bicomponente (MG Chemicals 8331D). Per migliorare l'adesione degli elettrodi al campione, la superficie è stata leggermente levigata con la cartavetro (grana 1000) e ripulita con un panno imbevuto con acetone.

Per l'applicazione degli elettrodi, i provini e i cavi sono stati fissati ad una lastra di acciaio con del nastro adesivo di carta, successivamente è stata depositata la pasta conduttiva utilizzando una maschera in teflon con un foro di diametro medio 2 mm. Terminata questa operazione, il tutto è stato



tenuto in forno per 2 ore a 65°C per assicurare una completa polimerizzazione dell'adesivo.

Test preliminari su campioni di prova hanno riscontrato che il cedimento avviene al di fuori della zona compresa tra i due elettrodi e che, in alcuni casi, si verifica un distaccamento degli elettrodi dai provini. Entrambe queste situazioni non permettono la lettura corretta della resistenza elettrica durante la prova o al momento del cedimento. Questi problemi sono stati imputati alla posizione e alle dimensioni degli elettrodi.

Inizialmente, la distanza tra i due punti di posa era stata fissata a 20 mm e questi erano simmetrici rispetto al centro del provino. Nonostante l'utilizzo della maschera in teflon, gli elettrodi risultavano avere un diametro che occupava tutta la larghezza dei provini nella zona ristretta e avevano uno spessore comparabile con quello dei campioni stessi. Probabilmente la massa della pasta conduttiva, unita alle vibrazioni date dalla frequenza delle prove, portava ad un distaccamento degli elettrodi (**Figura 2.5a**) mentre la loro distanza non permetteva di registrare i cedimenti in punti vicino ai cambi di sezione (**Figura 2.5b-c**).





*Figura 2.5. a)* Distaccamento degli elettrodi durante la prova; b) c) Cedimento a fatica fuori dalla zona delimitata dagli elettrodi.

Come correzione a questi problemi, la distanza tra gli elettrodi è stata aumentata a 35 mm, come mostrato in **Figura 2.6a**. La posa della resina conduttiva è stata facilitata e limitata tramite una maschera rettangolare 5x3 mm applicata direttamente sui provini tramite nastro adesivo di carta (**Figura 2.6b**) e durante la cura in forno è stata esercitata una pressione costante grazie all'utilizzo di un peso in acciaio (**Figura 2.7a**). In **Figura 2.7b** è mostrato il provino una volta terminata la procedura di preparazione.





b

*Figura 2.6. a)* Nuovo e definitivo posizionamento degli elettrodi; b) Esempio della maschera in nastro carta utilizzata per l'applicazione della resina conduttiva.

I risultati ottenuti dei test successivi non hanno più riportato i problemi precedentemente descritti giustificando la validità delle modifiche apportate.







*Figura 2.7. a) Esempio di applicazione del peso durante la cura in forno della resina conduttiva; b) Immagine del provino completo.* 



# 2.3 Prove e misurazione in-situ della resistenza elettrica

I test di tensione uniassiale a fatica sono stati eseguiti utilizzando la macchina di prova ElectroForce 3550 della TA Instruments (USA), seguendo la normativa ASTM D3479/D3479M-19 [34]. Come riportato nel documento, per una corretta rappresentazione della curva S-N sono stati testati un totale di 12 provini per ogni configurazione di taglio adottata (0° e 90°).

La risposta elettrica è stata misurata utilizzando la tecnica della sonda a quattro punti in corrente continua tramite l'impedenzimetro Hioki 3538 (Giappone).

Le prove sono state effettuate sotto controllo di carico, sottoponendo i campioni a quattro diversi intervalli di tensione, fissati pari al 40, 50, 60 e 70% della tensione limite di rottura (UTS) del materiale nelle due configurazioni, mantenendo il rapporto di carico costante (**Tabella 2.2**).

Dato che l'impedenzimetro utilizzato registra i valori di resistenza con una frequenza di circa 5 Hz, per poter leggere correttamente l'andamento della risposta elettrica, in almeno una delle tre prove eseguite per ogni intervallo di tensione, i carichi sono stati applicati con una funzione sinusoidale a blocchi, mentre nelle restanti si è optato per mantenere la frequenza fissa. La sequenza utilizzata è composta da tre cicli a 0.1 Hz e 1000 cicli a 5 Hz, intervallati da un ciclo a 1 Hz e un ciclo a 2.5 Hz, per un totale di 1.000.000 cicli, fissato arbitrariamente come limite di run-out. In **Figura 2.8** è mostrata la sequenza di carico.





*Figura 2.8. Modalità di applicazione del carico. La sequenza è ripetuta per un totale di 1.000.000 di cicli.* 

I provini sono stati montati sulla macchina con la base inferiore in battuta. Le teste degli afferraggi sono state posizionate ad una distanza tale da bloccare i campioni senza entrare in contatto con gli elettrodi (**Figura 2.9a**). La testa della macchina è stata bloccata in posizione stringendo i bulloni appositi tramite una chiave dinamometrica limitata a 50 Nm mentre i bulloni delle prese sono stati avvitati con una chiave esagonale senza controllo della coppia esercitata.

Il collegamento con l'impedenzimetro è stato eseguito tramite due cavi, giuntati da un lato con quelli fissati alla superficie del provino e dall'altro con il cablaggio proprio dell'impedenzimetro attraverso due morsetti (**Figura 2.9b-d**). Il collegamento tra i fili del provino e questi prolungamenti è stato protetto usando del nastro isolante per limitare al minimo possibili interferenze nella lettura della resistenza elettrica.





d

Figura 2.9. a) Montaggio del provino sulla macchina di prova; b-d) esempio del collegamento degli elettrodi con l'impedenzimetro.



	0/ I ITC	Carico	Carico	Ampiezza	f1	f2
	/0015	max [N]	min [N]	[N]	[Hz]	[Hz]
		515	50	465	-	5
	40%	500	50	450	-	5
		500	50	450	0.1	5
		630	65	565	0.1	5
	50%	630	65	565	-	5
٥°		630	65	565	-	5
0		860	80	780	0.1	5
	60%	860	80	780	-	5
		860	80	780	-	5
		970	95	875	-	5
	70%	970	95	875	-	5
		970	95	875	0.1	5
		300	30	270	-	5
	40%	300	30	270	-	5
		300	30	270	0.1	5
	50%	415	40	375	-	5
		415	40	375	-	5
000		400	40	360	0.1	5
90		480	45	435	-	5
	60%	480	45	435	-	5
		480	45	435	0.1	5
		520	50	470	0.1	5
	70%	520	50	470	-	5
		520	50	470	-	5

Tabella 2.2 Tabella riassuntiva dei carichi utilizzati durante le prove.



In questo capitolo sono riportati i risultati delle prove di fatica a trazione-trazione e della risposta elettromeccanica osservata durante i test. Il **Paragrafo 3.1** è dedicato all'analisi del comportamento a fatica, mentre il **Paragrafo 3.2** presenta i risultati della valutazione del comportamento piezoelettrico del composito.

# 3.1 Test meccanici a fatica

Questo paragrafo si concentra sull'analisi del comportamento a fatica del composito in esame. Nella **Sezione 3.1.1** sono riportati i risultati riguardanti la risposta meccanica del materiale all'applicazione dei carichi ciclici, con particolare interesse riguardo la variazione del modulo elastico. La **Sezione 3.1.2** mostra l'analisi statistica a fatica con la rappresentazione delle curve medie sforzo-durata (S-N) e i relativi limiti secondo il metodo di Owen. Infine, nella **Sezione 3.1.3** viene analizzato il danneggiamento del materiale con il procedere delle prove.

# 3.1.1 Creep ciclico e riduzione del modulo elastico

In **Figura 3.1** è mostrato il ciclo di carico e scarico in diversi momenti della prova. Il polimero esibisce un comportamento viscoelastico caratterizzato da un evidente creep ciclico, preponderante nelle prime fasi di applicazione del carico ma presente in tutta la prova. Questo è dimostrato dalla traslazione del ciclo di isteresi verso destra, comportamento



tipicamente riscontrato quando il creep è dominante. È possibile osservare una degradazione della rigidezza del materiale, rappresentata dalla diminuzione della pendenza del ciclo durante la prova [10]. Il ciclo di isteresi indica che il materiale entra immediatamente nel campo plastico, suggerendo che le prove vengono condotte in una zona di transizione tra il comportamento elastico e quello plastico.

Questi comportamenti sono stati riscontrati anche in tutte le altre prove, dimostrando un'omogeneità nella risposta del polimero a questi livelli di carico. In particolare, è stato osservato, per le prove eseguite con le due diverse frequenze di applicazione del carico, che gli spostamenti massimi risultano maggiori quando la frequenza è pari a 0.1 Hz rispetto a 5 Hz, mentre gli spostamenti minimi sono inferiori alla frequenza più bassa rispetto a quella più alta. Questo comportamento è riconducibile al creep ciclico. Alla frequenza più bassa (0.1 Hz), il materiale ha più tempo per rilassarsi tra un ciclo e l'altro, favorendo un maggiore accumulo di deformazione e quindi spostamenti massimi più elevati. Al contrario, con una frequenza più alta (5 Hz), il tempo disponibile per il rilassamento è minore, riducendo la deformazione accumulata. Inoltre, la minore entità degli spostamenti minimi a 0.1 Hz suggerisce un più marcato effetto di rilassamento viscoso tra un ciclo e l'altro, mentre a 5 Hz la risposta del materiale è più rigida, con una minore variazione tra gli stati di massimo e minimo spostamento. In Figura 3.2 è riportato un esempio di questo fenomeno. I punti in cui si osservano i picchi nello spostamento rappresentano i periodi in cui la prova è stata eseguita a frequenza minore. In arancione è riportato l'andamento crescente dello spostamento, sintomo di una riduzione del modulo elastico.



In questo studio non è emersa una correlazione chiara tra la frequenza di applicazione del carico e la vita a fatica del materiale. Inoltre, le frequenze utilizzate non hanno influenzato la variazione della temperatura interna del materiale.

La variazione del modulo elastico durante le prove è stata valutata come rapporto tra il valore registrato ad ogni ciclo e quello iniziale associato alla partenza della prova. Considerando la sezione resistente e lo spostamento iniziale come costanti, il modulo elastico al ciclo n è stato calcolato come:

$$E_n = \frac{\sigma}{\varepsilon} = \frac{P_{max}}{A} \cdot \frac{d_{max_0}}{d_{max_n}}$$
(3.1.1)

dove  $d_{max_n}$  rappresenta lo spostamento massimo registrato dalla macchina di prova ad ogni ciclo e  $P_{max}$  il carico massimo applicato.





*Figura 3.1. Ciclo di isteresi del campione. Inizio prova (a), a metà della prova (b) e a due terzi della prova (c).* 





*Figura 3.2. Spostamento massimo (blu) e relativo andamento (arancione). In quest'immagine si apprezzano le variazioni nello spostamento nel momento del cambio di frequenza.* 

Ricordando che questo è costante durante tutta la prova, la variazione del modulo elastico può essere quindi espressa come:

$$\frac{E_n}{E_0} = \frac{d_{max_0}}{d_{max_n}} \tag{3.1.2}$$

in cui  $d_{max_0}$  indica il primo valore di spostamento registrato ad inizio prova. Si è deciso di utilizzare i valori massimi del carico e dello spostamento per una maggiore stabilità dei dati.

In **Figura 3.3** sono indicati il modulo elastico a riposo e quello calcolato al termine delle prove, per ogni intervallo di carico e orientazione dei provini. Qui si può osservare come, all'aumentare del carico applicato, il modulo elastico finale diminuisca. Per i provini orientati concordemente con la direzione del flusso del materiale, il modulo elastico finale passa da





*Figura 3.3.* Modulo elastico ad inizio ( $E_0$ ) e fine ( $E_f$ ) prova per ogni intervallo di carico per i campioni orientati a 0° (in alto) e 90° (in basso).

97,8 MPa, nell'intervallo di carico del 40%, a 96,6 MPa, in quello del 70%, evidenziando una differenza complessiva dell'1,4%. Per quanto riguarda i campioni orientati a 90°, la differenza riscontrata tra gli stessi livelli di carico aumenta fino al 3,1%, indicando che il materiale, in questa configurazione, è più soggetto a degradazione del modulo elastico quando sottoposto all'azione di carichi ciclici nel tempo. Nella **Tabella 3.1** sono forniti i valori per ogni gruppo e le rispettive differenze in percentuale.

In **Figura 3.4** e **Figura 3.5** sono riportate le curve ottenute attraverso l'Eq. (3.1.2) per i provini con orientazione a 0° e a 90°, rispettivamente. La rigidezza assume un andamento complessivamente decrescente, indice di un progressivo danneggiamento all'interno del polimero.<sup>2</sup> Osservando i grafici, si distinguono tre fasi principali comuni a tutte le curve:

<sup>2</sup> Vedi sez. 3.1.3



- <u>Zona I</u>: corrisponde ai primi istanti della prova, in cui la rigidezza rimane pressoché costante senza evidenti riduzioni.
- <u>Zona II</u>: in questa fase si osserva una variazione effettiva della rigidezza, con un decremento prevalentemente lineare e una riduzione assoluta compresa tra il 3% e il 4%.
- <u>Zona III</u>: il materiale raggiunge il suo limite, con un crollo istantaneo della rigidezza, segnale del cedimento del campione.

Nei test in cui il campione ha ceduto dopo un numero di cicli superiore a 10<sup>5</sup> (**Fig. 3.5a**) o ha raggiunto il limite di run-out, è stato riscontrato un temporaneo incremento nella curva di variazione della rigidezza (cerchio rosso). Tuttavia, l'entità di questa variazione risulta essere inferiore allo 0,5% ed è attribuibile principalmente a un controllo non perfettamente accurato del carico minimo da parte della macchina di prova.

	%UTS	E <sub>o</sub> [MPa]	Ef [MPa]	ΔΕ [%]
	40	100	97.8	-2.2
00	50	100	97.4	-2.6
U	60	100	96.6	-3.4
	70	100	96.4	-3.6
	40	60	59.3	-1.2
٥n٥	50	60	58.5	-2.5
90	60	60	57.0	-5.0
	70	60	57.4	-4.3

$1$ $\mu$ $0$ $1$ , $\gamma$ $\mu$ $1$ $\mu$ $2$ $10$ $\mu$	<i>Tabella</i> 3.1.	Variazione del	modulo ela	astico per o	ogni livello	di carico	ed orien	tazione dei	campioni.
---	---------------------	----------------	------------	--------------	--------------	-----------	----------	-------------	-----------





*Figura 3.4. Variazione del modulo elastico per i provini con orientazione a* 0°.





Figura 3.5. Variazione del modulo elastico per i provini a 90°. Nel cerchio rosso è evidenziato l'aumento locale registrato per il modulo elastico.



## 3.1.2 Analisi statistica del comportamento a fatica

**Figura 3.7** riassume le curve S-N a rottura dei campioni orientati a 0° e a 90°. I dati di fatica sono rappresentati in scala doppio logaritmica, diagrammando la tensione alternata ( $\sigma_a$ ) in funzione del numero di cicli raggiunti a rottura ( $N_f$ ). Le curve S-N con il 50% di probabilità di cedimento sono graficate usando l'equazione di Basquin:

$$S_a = S'_f \cdot \left(N_f\right)^b \tag{3.1.3}$$

dove  $S_a$  rappresenta il valore di tensione alternata a cui si è svolta la prova,  $N_f$  indica il numero di cicli raggiunti al momento del cedimento,  $S'_f$  è il coefficiente di resistenza a fatica e *b* rappresenta l'esponente di resistenza a fatica. Il coefficiente e l'esponente di resistenza a fatica sono stati ricavati dalla regressione ai minimi quadrati dell'Eq. (3.1.4).

$$Y = \hat{A} + \hat{B}X \tag{3.1.4}$$

dove *Y* rappresenta il logaritmo naturale delle tensioni alternate  $(\ln(S_a))$  e X indica il logaritmo del numero di cicli a rottura  $(\ln(N_f))$ .

$$b = \frac{1}{\hat{B}} \tag{3.1.5}$$

$$S'_f = e^{(-\hat{A} \cdot b)}$$
 (3.1.6)

Come indicato nel Capitolo 4 di [35], per ogni curva è stato costruito il rispettivo limite inferiore di Owen. Questo è stato ottenuto a partire dall'Eq. (3.1.4) come:



$$Y_L(X_i) = \hat{Y}(X_i) - K_{OWEN} \cdot s \tag{3.1.7}$$

dove *s* è l'errore standard di Y su  $X_i$ ,  $K_{OWEN}$  è un moltiplicatore dipendente dai livelli di affidabilità e di confidenza scelti e dal numero di campioni utilizzati,  $Y_L$  è definito come limite inferiore di Y per la determinata  $X_i$ . Successivamente è stato calcolato il nuovo coefficiente di resistenza a fatica per poter diagrammare la retta del limite inferiore. In **Tabella 3.2** sono indicati tutti i coefficienti utilizzati per la caratterizzazione a fatica.

La retta di Basquin per il materiale con fibre orientate a 0° presenta una maggiore pendenza e un coefficiente di resistenza a fatica più elevato rispetto all'orientazione a 90°. Questo indica che, nel primo caso, il polimero è più resistente, ma anche più sensibile alle variazioni di sforzo. Al contrario, quando le fibre sono disposte perpendicolarmente, la resistenza a fatica è inferiore, ma il materiale offre una maggiore stabilità rispetto alle variazioni di carico. Pertanto, se l'obiettivo è massimizzare la resistenza a fatica, l'orientazione a 0° è la scelta migliore. Se, invece, si privilegia una maggiore stabilità alle variazioni di carico, l'orientazione a 90° risulta più vantaggiosa, pur comportando una minore resistenza complessiva.

In Tabella **3.3** sono riportati i numeri di cicli raggiunti dai campioni testati, utilizzati per la costruzione delle curve sforzo-durata.

In **Figura 3.6** sono mostrati tre provini a 0° che hanno raggiunto il cedimento. Si può osservare come le rotture siano avvenute in punti differenti. In generale si è osservato che il cedimento è avvenuto nelle zone della parte ristretta del provino più vicine all'aggancio superiore della macchina di prova.





Figura 3.6. Campioni che hanno raggiunto il cedimento. Il provino segnato come "3" è stato sottoposto ad un intervallo di carico di 60 MPa, i provini "6" e "10" sono stati entrambi testati a 70 MPa.



	b	S'f [MPa]	Livello di confidenza (C)	Livello di affidabilità (A)	nc	Kowen	S'f,owen [MPa]
0°	-0,132	129.94	90%	95%	12	2,583	108.60
90°	-0,054	32.66	90%	95%	12	2,583	28.39

Tabella 3.2. Coefficienti utilizzati per la caratterizzazione a fatica del materiale.

Tabella 3.3. Numero di cicli a rottura dei provini e carichi applicati, utilizzati per ricavare i coefficienti di Tabella 3.2.

θ	%UTS	σa [MPa]	Nf [cicli]
	40%	20	9,68 · 10 <sup>5</sup>
	50%	25	1,46 · 10 <sup>5</sup>
	50 /8	23	5,41 · 10 <sup>5</sup>
			9,56 · 10 <sup>4</sup>
0°	60%	30	1,03 · 10 <sup>5</sup>
			$7,13 \cdot 10^4$
	70%		$1,96 \cdot 10^4$
		35	5,87 · 10 <sup>3</sup>
			$3,41 \cdot 10^4$
	50%	15	9,89 · 10 <sup>5</sup>
			$6,70 \cdot 10^{5}$
			$3,29 \cdot 10^{5}$
ono		18	$4,41 \cdot 10^{4}$
90			3,55 · 10 <sup>5</sup>
			1,39 · 10 <sup>3</sup>
	70%	21	$9,41 \cdot 10^2$
			$5,42 \cdot 10^3$





*Figura 3.7. Curva S-N (linea continua) per i campioni orientati a* 0° (*blu) e* 90° (*nero) e rispettivi limiti inferiori di Owen (linea tratteggiata).* 

## 3.1.3 Danneggiamento

Di seguito sono presentati i risultati dell'analisi del danneggiamento condotta utilizzando il modello proposto da Shiri S. et al. [15]. Questo modello quantifica l'accumulo del danno a fatica nei materiali compositi attraverso la degradazione della rigidezza. È stato scelto perché il suo approccio risulta coerente con le metodologie illustrate nelle sezioni precedenti.

Le curve sono diagrammate seguendo l'equazione seguente:

$$D(n) = \frac{E_0 - E(n)}{E_0 - E(N_f)}$$
(3.1.8)



in cui D(n) rappresenta il danno al ciclo n,  $E_0$  è il modulo elastico del materiale a riposo, E(n) ed  $E(N_f)$  sono i valori di modulo elastico calcolati al ciclo n e al momento del cedimento.

Le curve di Figura 3.8 mostrano l'evoluzione del danno in funzione dei numeri di cicli normalizzati rispetto al valore raggiunto a rottura. Per le prove condotte con intervallo di carico al 70% dell'UTS, le linee di regressione presentano una pendenza elevata, indicando un rapido e sempre crescente danneggiamento del materiale in entrambe le configurazioni. Nel caso delle prove al 60% del carico massimo, si osserva che i provini orientati a 0° mostrano una pendenza leggermente superiore rispetto a quelli a 90°, con un andamento in pratica sempre crescente, segno di un progressivo danneggiamento del composito. D'altra parte, i campioni orientazione а 90° mostrano un rapido incremento con del danneggiamento, raggiungendo quasi immediatamente un valore di 0,7. Successivamente, il danneggiamento si stabilizza e rimane costante fino al cedimento, momento in cui si osserva un ulteriore aumento. Questo comportamento è coerente con quanto riportato nella Sezione 3.1.2: l'orientazione a 0° garantisce una maggiore resistenza a fatica, ma risulta meno stabilite rispetto alle variazioni di carico.





Figura 3.8. Evoluzione del danno (blu) per i campioni orientati a 0° (a-c) e 90° (d-f).



# 3.2 Analisi della risposta piezoelettrica

In questo paragrafo sono riportati i risultati delle analisi effettuate sui dati della resistenza elettrica. Nella **Sezione 3.2.1** si analizza la risposta elettromeccanica confrontandola con i dati sulla rigidezza ottenuti nel paragrafo precedente. Nella **Sezione 3.2.2** viene mostrato l'approccio utilizzato per utilizzare la resistenza elettrica come indicatore del livello di danneggiamento del composito.

# 3.2.1 Comportamento elettromeccanico a fatica

La proprietà piezometrica di un materiale è definita come la variazione delle sue proprietà elettriche in risposta ad uno stimolo meccanico. In questa sezione, le proprietà piezoelettriche del materiale sono definite analizzando la variazione della resistenza elettrica in concomitanza con la variazione del modulo elastico. Le analisi sono state condotte in corrente continua.

In **Figura 3.9** e **Tabella 3.4** sono mostrati i valori medi di resistenza elettrica per ogni livello di sollecitazione, misurati prima dell'inizio della prova (R<sub>0</sub>) e all'istante precedente al cedimento del campione (R<sub>f</sub>).

Guardando alla **Fig. 3.9a**, i valori di R<sub>0</sub> differiscono in maniera netta tra i primi due gruppi rispetto agli ultimi due e la resistenza media finale per il gruppo 50 è largamente più elevata rispetto a tutte le altre. Questo è da ricondursi al fatto che la distribuzione delle fibre di carbonio all'interno del composito, dovuta alle modalità di fabbricazione del materiale, è disomogenea ed esercita una forte influenza sul valore di resistenza iniziale e sulla risposta alle sollecitazioni da parte dei campioni. Di conseguenza,



diverse conduttività elettriche e, quindi, diverse risposte elettromeccaniche sono state ottenute per campioni con la stessa concentrazione nominale di fibre corte di carbonio e stessa orientazione rispetto la direzione di stampaggio.

In Figura 3.10 sono mostrati il carico e la resistenza elettrica in diversi istanti della prova quando la frequenza di applicazione del carico è pari a 0,1 Hz. I valori di resistenza sono riportati come la differenza della resistenza all'istante n ed  $R_0$ , rapportata alla stessa resistenza iniziale. I grafici dimostrano la validità dell'approccio utilizzato per il monitoraggio della resistenza elettrica dato che quest'ultima risponde in maniera ottimale all'applicazione del carico durante la prova. Inoltre, confrontando Figura **3.10a** e **Figura 3.10d**, si osserva l'aumento della resistenza durante il procedere della prova coerentemente con l'aumento della deformazione nel provino<sup>3</sup>. Nell'esempio riportato, l'incremento percentuale della resistenza rispetto al valore iniziale Ro varia dal 75% nei primi cicli fino a superare il 100% nelle fasi finali del test. In alcuni casi (Figura 3.10c), è possibile osservare un incremento della resistenza tra i cicli di uno stesso blocco a frequenza di applicazione del carico di 0,1 Hz. Nell'esempio illustrato, la differenza tra il terzo ciclo (retta rosso scuro) e il primo (retta verde) è pari al 2%.

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup> Vedi Sez. 3.1.1, Figura 3.2





*Figura 3.9. Resistenza iniziale (blu) e finale (arancione) per i provini a 0° (a) e 90° (b).* 

%UTS	θ	$\mathbf{R}_0$ [ $\mathbf{\Omega}$ ]	<b>R</b> <sub>f</sub> <b>[</b> Ω <b>]</b>
409/-	0°	2174,8	2545,3
40 / 0	90°	4290,7	6209,2
E09/	0°	3504,5	9095,5
50 /8	90°	3103,4	5063,3
60%	0°	891,7	1662,8
00 /8	90°	2700,8	4667,3
70%	0°	1212,3	1697,0
70 /8	90°	3695,5	3877,5

Tabella 3.4. Valori di resistenza iniziale e finale per ogni gruppo relativo ad un livello di carico.





Figura 3.10. Carico (blu) e Resistenza (arancione) in funzione del tempo a diversi istanti della prova, f = 0,1 Hz. Nei cerchi rossi sono evidenziati gli incrementi di resistenza riscontarti in corrispondenza del minimo del carico.



In corrispondenza del minimo del carico (cerchi rossi), si osserva che, durante l'intera prova, la risposta elettrica presenta una variazione nella pendenza della curva, caratterizzata prima da un aumento e successivamente da una diminuzione della resistenza. Questo fenomeno non è stato approfondito nel presente studio, ma una possibile spiegazione è stata fornita da Montazerian H. et al. [36]. Gli autori hanno mostrato come i canali contenenti le fibre di carbonio si deformano in maniera differente in base alla loro orientazione rispetto alla direzione di applicazione del carico. Indipendentemente dalla loro orientazione, le fibre di carbonio non seguono la deformazione del polimero a causa della scarsa adesione tra le fibre stesse e le pareti dei suddetti canali. Come risultato, si formano dei vuoti agli estremi di ogni fibra di carbonio che portano alla disconnessione tra fibre adiacenti. Quando il campione viene scaricato, le fibre di carbonio non tornano completamente allo stato iniziale. L'attrito interfacciale tra le fibre e il polimero provoca una deformazione delle fibre, che si piegano e si accorciano invece di riempire nuovamente gli spazi vuoti. Questa deformazione compromette il recupero elastico, aumentando la resistenza elettrica dopo il ciclo di carico e scarico. Tuttavia, durante il successivo caricamento, le fibre tendono a riprendere la loro forma iniziale, riducendo la resistenza elettrica.

L'aumento della resistenza durante le prove è confermato anche dal grafico in **Figura 3.11**, in cui viene mostrato l'incremento in percentuale della risposta elettrica rispetto al valore a riposo. In **Tabella 3.5** sono riportati i relativi valori.

La diversa risposta del materiale agli sforzi applicati è, anche in questo caso, dovuta alla disomogeneità nella distribuzione delle fibre nel polimero.





Figura 3.11. Variazione percentuale della resistenza elettrica misurata in diversi momenti della prova. I valori sono mostrati in Tabella **3**.5

La risposta elettromeccanica del composito piezoresistivo sottoposto al carico ciclico di tensione fino a cedimento è illustrata in **Figura 3.12** per diversi livelli di carico. Il grafico riporta il numero di cicli in scala logaritmica. Il limite massimo raggiunto dalla resistenza varia in base al campione, per i motivi già illustrati. Per i provini con orientazione a 0° (**Figura 3.12 a-c**) la resistenza cresce in maniera similare, con un andamento simil-parabolico. Nella prima immagine (**Figura 3.12a**, cerchio rosso) si osserva una riduzione della resistenza dopo il cedimento, poiché le due metà del provino, pur fratturate, non si sono completamente separate, consentendo ancora una certa conduzione elettrica. Questa diminuzione della resistenza è probabilmente attribuibile a un effetto di rilassamento del materiale una volta rimosso il carico di tensione [36].

Osservando il caso mostrato in **Figura 3.12d** di un provino con orientazione a 90°, la lettura della resistenza indica che questa diminuisce per un breve periodo, poi si attesta attorno ad un valore costante (cerchio verde) e successivamente aumenta repentinamente fino al momento della frattura del campione, dove la variazione percentuale della resistenza elettrica passa da circa il 60% fino al 150% nel giro di pochi cicli. Questo



comportamento si spiega guardando alla curva della rigidezza: il momento in cui la resistenza elettrica diminuisce corrisponde ad un aumento temporaneo della variazione del modulo elastico<sup>4</sup> (cerchio blu). Questa deviazione dalla risposta elettrica, rispetto all'andamento crescente osservato fino a quel momento, conferma ulteriormente la sua capacità di riflettere la deformazione nel composito: al variare della deformazione, la resistenza elettrica si adatta di conseguenza.

Tuttavia, i valori di resistenza letti al momento del cedimento non possono essere utilizzati come indicazione generale dello stato di salute del componente, poiché la risposta del polimero varia tra i diversi campioni a causa della distribuzione e concentrazione non uniforme delle fibre corte di carbonio. Per questo motivo, nella sezione successiva vengono proposti due possibili approcci per il monitoraggio del danneggiamento attraverso la lettura della resistenza.

<sup>&</sup>lt;sup>4</sup> Vedi Sez. 3.1.1, Figura 3.5



%Nf	Δσ [%]	Δ <b>R/R</b> ₀ [%]
	50	31.6
1%	60	82.8
	70	55.9
	50	90.9
15%	60	145.4
	70	84.2
	50	110.1
25%	60	146.6
	70	98.4
	50	164.6
50%	60	178.5
	70	131.9
	50	217.9
75%	60	205.7
	70	144.9
	50	257.6
90%	60	216.7
	70	147.8

Tabella 3.5. Incremento percentuale della resistenza elettrica ( $\Delta R/R_0$ ) rilevato in diversi istanti della prova ( $N_f$ ).





*Figura 3.12. Modulo elastico (blu) e incremento percentuale della resistenza (arancione) per diversi livelli di carico.* 



# 3.2.2 Valutazione del danno attraverso la resistenza elettrica

In questa parte dello studio e stata confrontata l'evoluzione della resistenza con il danneggiamento illustrato nella **Sezione 3.1.3**. Lo scopo principale è capire se la sola lettura della resistenza possa fornire un'indicazione sullo stato di salute del componente in funzione.

A partire dall'Eq. (3.1.8) utilizzata precedentemente per il calcolo del livello di danno all'interno del materiale, è stata valutato il comportamento della resistenza.

L'approccio seguito prevede l'utilizzo della seguente equazione:

$$D(R) = \frac{R(n) - R_0}{R(N_f) - R_0}$$
(3.2.1)

dove D(R) rappresenta il corrispettivo del danno per la resistenza elettrica, R(n) ed  $R(N_f)$  sono la resistenza al ciclo n e al momento della rottura,  $R_0$  è la resistenza ad inizio prova.

In **Figura 3.13** sono illustrati gli andamenti del danno D(n) e della resistenza D(R) per i campioni orientati a 0° (a-c) e quelli a 90° (d-f). Le immagini mostrano che il metodo utilizzato si è rivelato valido in quanto la curva della resistenza segue in maniera similare quella del danneggiamento.





Figura 3.13. Danno D(n) (blu) e Resistenza D(R) (rossa) per i campioni a 0° (a-c) e 90° (d-f).



Un limite riscontrato in questo approccio è stato identificato nel termine  $R(N_f)$ . Questo rappresenta il valore registrato al momento del cedimento per fatica, quindi per poter utilizzare l'Eq. (3.2.1) è richiesto conoscere ogni volta il valore finale di resistenza, ottenibile solo dopo la frattura del materiale. Questa limitazione non permette, quindi, di effettuare un monitoraggio in real time dello stato strutturale del composito.

Una possibile soluzione consiste nel sostituire il valore con uno dipendente unicamente dalla resistenza iniziale. Per determinarlo, si misura la resistenza elettrica massima raggiunta dai campioni al momento della frattura per ciascun livello di carico. Successivamente, si calcola il rapporto tra la resistenza massima e quella iniziale per ogni provino, ottenendo un indicatore dell'incremento della risposta elettrica. I rapporti così ottenuti vengono poi mediati all'interno di ciascun gruppo, corrispondente a un diverso livello di carico. Infine, i valori di *R*<sup>0</sup> relativi a ciascun livello di carico vengono moltiplicati per il rapporto medio calcolato, ricavando così un valore finale di resistenza massima che dipende esclusivamente dalla resistenza iniziale<sup>5</sup>. In questo modo l'Eq. (3.2.1) diventa:

$$D(R) = \frac{R(n) - R_0}{R_0 \cdot (k_{R-group} - 1)}$$
(3.2.2)

dove  $k_{R-group}$  rappresenta la media dei rapporti per ogni gruppo.

<sup>&</sup>lt;sup>5</sup> Vedi Figura 3.9



In **Figura 3.14** sono riportati i grafici ottenuti seguendo questo iter, mentre in **Tabella 3.6** sono mostrati i valori del parametro  $k_{R-group}$ .

%UTS	θ	$k_{R-group}$
40	0°	1,17
40	90°	1,45
50	0°	2,60
50	90°	1,63
60	0°	1,86
00	90°	1,73
70	0°	1,62
70	90°	1,05

Tabella 3.6. Medie dei rapporti di resistenza per ogni gruppo di carico applicato.

I grafici mostrano che le curve ottenute con i metodi basati sulle equazioni (3.1.8) e (3.2.1) presentano traslazioni di diversa entità a seconda del provino analizzato. Questa variazione è attribuibile alla definizione di  $k_{R-group}$ , che incorpora i rapporti calcolati per ciascun campione. Di conseguenza, quando alcuni valori di resistenza si discostano significativamente dalla media, l'equazione (3.2.1) genera una curva traslata alla (3.1.8).

L'uso di un parametro basato solo sulla resistenza iniziale consente un monitoraggio in tempo reale, rendendo l'analisi della durabilità più pratica ed efficace. Inoltre, questa metodologia risulta adatta per compositi conduttivi con una struttura omogenea, meno soggetta a variazioni delle proprietà piezoelettriche tra diversi campioni.





Figura 3.14. Danno (blu) e Resistenza (rossa) ottenuti secondo l'Eq. (3.1.8) e (3.2.2) rispettivamente.



# 4. Conclusioni

Nel presente studio sono stati analizzati il comportamento a fatica e la risposta elettromeccanica di un materiale composito a base di nylon, arricchito con il 23% in peso di fibre corte di carbonio e il 28% di fibre di vetro. Gli obiettivi principali sono stati la caratterizzazione a fatica del composito e l'analisi delle variazioni delle sue proprietà elettriche, al fine di valutarne l'idoneità come indicatore per il monitoraggio dell'integrità strutturale durante la sua vita in opera. Dai dati sperimentali e dalle analisi condotte, si possono trarre le seguenti conclusioni:

Il materiale analizzato mostra un comportamento viscoelastico durante le prove di fatica a trazione-trazione. Non è stata riscontrata una relazione diretta tra la frequenza di applicazione del carico e la vita a fatica del materiale; tuttavia, è stato osservato un diverso comportamento nello spostamento massimo a seconda della frequenza: a valori più bassi della frequenza corrispondono spostamenti differenti rispetto a quelli registrati con un aumento della stessa. L'analisi dei provini ha evidenziato una degradazione del modulo elastico simile per i livelli di carico inferiori, indipendentemente dall'orientazione delle fibre. Per carichi più elevati, invece, si registra una riduzione della rigidezza pari al 3,4% e al 3,6% nei provini con fibre disposte a 0°, mentre nei campioni con orientazione ortogonale (90°) tale riduzione risulta maggiore, raggiungendo il 4,3% e il 5%. Inoltre, confrontando la variazione del modulo elastico misurato al termine delle prove tra l'intervallo di



carico massimo (70% UTS) e quello minimo (40% UTS), si osserva che nei campioni con fibre disposte a 90° questa risulta essere più del doppio rispetto a quella registrata per l'orientazione a 0°.

L'analisi statistica a fatica evidenzia come la risposta del materiale vari in funzione dell'orientazione delle fibre. La curva sforzo-durata (S-N) relativa alle fibre orientate a 0° presenta una pendenza negativa maggiore rispetto a quella corrispondente a 90° (-0,132 e -0,054 rispettivamente), indicando una maggiore sensibilità alle variazioni di sforzo. Tuttavia, i campioni con fibre a 0° mostrano un coefficiente di resistenza a fatica più elevato (108,6 MPa contro 28,4 MPa), confermando una maggiore resistenza complessiva alla fatica. Pertanto, a seconda dell'applicazione e delle proprietà richieste, può essere privilegiata un'orientazione piuttosto che l'altra. L'analisi del danneggiamento del materiale evidenzia un comportamento simile per entrambe le configurazioni nel caso del livello di carico più elevato. In queste condizioni, il danno cresce rapidamente, raggiungendo valori compresi tra 0,7 e 0,8 già al 50% della durata del test. Per carichi inferiori, invece, si osserva un accrescimento del danno più graduale nei campioni con fibre orientate a 0°, con valori compresi tra 0,5 e 0,6 al 50% della vita utile. Nei test con orientazione a 90°, il danneggiamento iniziale è più rapido, raggiungendo valori tra 0,7 e 0,8 nei primi cicli, per poi stabilizzarsi durante la prova e crescere nuovamente negli istanti precedenti il cedimento.



Le analisi sulla risposta elettromeccanica hanno evidenziato un'ottima correlazione tra la diminuzione del modulo elastico e l'aumento della resistenza elettrica del materiale. Il confronto tra la curva della resistenza elettrica e quella del carico applicato conferma la coerenza della risposta elettrica con i cicli di carico. Tuttavia, in corrispondenza del minimo del carico, si osserva un massimo locale nella resistenza elettrica, fenomeno attribuibile alla diversa risposta alla deformazione tra la matrice polimerica e le fibre, che genera un aumento momentaneo della resistenza. I risultati mostrano una sostanziale omogeneità nei valori di resistenza elettrica misurati all'inizio e alla fine dei test tra i diversi intervalli di carico, con un rapporto medio tra questi due valori pari a 1,64 ± 0,48. La variabilità nelle misurazioni della resistenza elettrica è riconducibile alla disomogeneità nella distribuzione delle fibre all'interno della matrice polimerica, dovuta al processo produttivo. La variazione della resistenza osservata durante le prove mostra incrementi superiori al 50% negli istanti precedenti il cedimento dei campioni, evidenziando il potenziale utilizzo della piezoelettricità come indicatore di danneggiamento imminente. Infine, le analisi sulla resistenza elettrica come indicatore dello stato di salute strutturale evidenziano che, per un monitoraggio in tempo reale del danno all'interno del materiale, è preferibile adottare un metodo che si basi esclusivamente sul valore iniziale della resistenza. Questo approccio sfrutta un fattore moltiplicativo, definito come il rapporto tra la resistenza massima media misurata per un determinato livello di carico e la resistenza media iniziale del



medesimo gruppo campionario. Tale metodo risulta particolarmente efficace quando il materiale presenta una risposta piezoelettrica omogenea, poiché ciò riduce la possibilità di varianze significative nella lettura della resistenza.

Nonostante i risultati ottenuti offrano un primo contributo alla comprensione della variazione della proprietà elettromeccaniche in risposta al danneggiamento da fatica di questo materiale, restano aperte diverse questioni che meritano ulteriori approfondimenti. In particolare, sarebbe utile analizzare la microstruttura delle superfici di frattura mediante micrografie, soprattutto nei campioni con orientazione a 90°. Questo permetterebbe di verificare con maggiore certezza se, durante la deformazione, si verificano i fenomeni descritti nella Sezione 3.2.1, fornendo così una giustificazione più solida all'aumento di resistenza locale riscontrato in corrispondenza dei minimi di carico. Un ulteriore sviluppo interessante riguarderebbe l'estensione dell'analisi del danneggiamento e della variazione di resistenza descritta nella Sezione 3.2.2 a materiali caratterizzati da una maggiore omogeneità, in modo da ridurre le differenze tra le letture di resistenza. Ciò consentirebbe di validare con maggiore affidabilità il modello adottato per osservare l'evoluzione della resistenza in funzione del solo parametro  $R_0$ .



# I. Bibliografia

- [1] A.P. Vassilopoulos, The history of fiber-reinforced polymer composite laminate fatigue, Int J Fatigue 134 (2020). https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2020.105512.
- [2] J. Choi, Y.O. Andrian, H. Lee, H. Lee, N. Kim, Fatigue Life Prediction for Injection-Molded Carbon Fiber-Reinforced Polyamide-6 Considering Anisotropy and Temperature Effects, Materials 17 (2024). https://doi.org/10.3390/ma17020315.
- [3] S. Mortazavian, A. Fatemi, Fatigue behavior and modeling of short fiber reinforced polymer composites including anisotropy and temperature effects, Int J Fatigue 77 (2015) 12–27. https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2015.02.020.
- [4] A. Ciampaglia, R. Ciardiello, F. Cesano, G. Belingardi, V. Brunella, Multifunctional material design for strain sensing: Carbon black effect on mechanical and electrical properties of polyamides, Compos Struct 304 (2023). https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2022.116373.
- [5] R. Ciardiello, D. Fiumarella, G. Belingardi, Enhancement of the Mechanical Performance of Glass-Fibre-Reinforced Composites through the Infusion Process of a Thermoplastic Recyclable Resin, Polymers (Basel) 15 (2023). https://doi.org/10.3390/polym15153160.
- [6] V. Brunella, B.G. Rossatto, D. Scarano, F. Cesano, Thermal, morphological, electrical properties and touch-sensor application of conductive carbon black-filled polyamide composites, Nanomaterials 11 (2021). https://doi.org/10.3390/nano11113103.



- [7] E. Belmonte, M. De Monte, C.J. Hoffmann, M. Quaresimin, Damage mechanisms in a short glass fiber reinforced polyamide under fatigue loading, Int J Fatigue 94 (2017) 145–157. https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2016.09.008.
- [8] J. Chanda, T. Dolui, S. Hanumanthrao, R. Shilavant, P. Ghosh, R. Mukhopadhyay, Influence of carbon black particle size on fatigue life of rubber compound by varying strain and temperature, J Appl Polym Sci 140 (2023). https://doi.org/10.1002/app.54602.
- [9] E. Belmonte, M. De Monte, C.J. Hoffmann, M. Quaresimin, Damage initiation and evolution in short fiber reinforced polyamide under fatigue loading: Influence of fiber volume fraction, Compos B Eng 113 (2017) 331–341. https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2017.01.023.
- [10] J. Petermann, K. Schulte, The effects of creep and fatigue stress ratio on the long-term behaviour of angle-ply CFRP, n.d. www.elsevier.com/locate/compstruct.
- [11] A. Bernasconi, R.M. Kulin, Effect of frequency upon fatigue strength of a short glass fiber reinforced polyamide 6: A superposition method based on cyclic creep parameters, Polym Compos 30 (2009) 154–161. https://doi.org/10.1002/pc.20543.
- [12] M. Kawai, H. Takeuchi, I. Taketa, A. Tsuchiya, Effects of temperature and stress ratio on fatigue life of injection molded short carbon fiberreinforced polyamide composite, Compos Part A Appl Sci Manuf 98 (2017) 9–24. https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2017.03.008.
- [13] J.C. Grunlan, W.W. Gerberich, L.F. Francis, Electrical and mechanical behavior of carbon black-filled poly(vinyl acetate) latex-based



composites, Polym Eng Sci 41 (2001) 1947–1962. https://doi.org/10.1002/pen.10891.

 [14] F.H. Gojny, M.H.G. Wichmann, U. Köpke, B. Fiedler, K. Schulte, Carbon nanotube-reinforced epoxy-composites: Enhanced stiffness and fracture toughness at low nanotube content, Compos Sci Technol 64 (2004) 2363–2371.
 https://doi.org/10.1016/j.compositesh.2004.04.002

https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2004.04.002.

- [15] N.T. Phong, M.H. Gabr, K. Okubo, B. Chuong, T. Fujii, Improvement in the mechanical performances of carbon fiber/epoxy composite with addition of nano-(Polyvinyl alcohol) fibers, Compos Struct 99 (2013) 380–387. https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2012.12.018.
- [16] R. Ciardiello, L.T. Drzal, G. Belingardi, Effects of carbon black and graphene nano-platelet fillers on the mechanical properties of syntactic foam, Compos Struct 178 (2017) 9–19. https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2017.07.057.
- G. Lee, M. Sung, J.H. Youk, J. Lee, W.R. Yu, Improved tensile strength of carbon nanotube-grafted carbon fiber reinforced composites, Compos Struct 220 (2019) 580–591. https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2019.04.037.
- [18] X. Cheng, C. Bao, X. Wang, W. Dong, Stretchable strain sensor based on conductive polymer for structural health monitoring of highspeed train head, Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part L: Journal of Materials: Design and Applications 234 (2020) 496–503. https://doi.org/10.1177/1464420719896599.
- [19] Y. Wang, Y. Fu, Z. Meng, B. Wan, B. Han, Experimental study and piezoresistive mechanism of electrostatic self-assembly of carbon



nanotubes–carbon black/epoxy nanocomposites for structural health monitoring, J Mater Sci 57 (2022) 12416–12437. https://doi.org/10.1007/s10853-022-07402-6.

- [20] D. Xiang, L. Wang, Y. Tang, E. Harkin-Jones, C. Zhao, P. Wang, Y. Li, Damage self-sensing behavior of carbon nanofiller reinforced polymer composites with different conductive network structures, Polymer (Guildf) 158 (2018) 308–319. https://doi.org/10.1016/j.polymer.2018.11.007.
- [21] O. Sanchez-Sobrado, D. Rodriguez, R. Losada, E. Rodriguez, Evaluation of conductive smart composite polymeric materials for potential applicationsin structural health monitoring and strain detection, Functional Composite Materials 4 (2023). https://doi.org/10.1186/s42252-023-00039-x.
- [22] X. Ji, X. Zhang, J. Yue, Y. Lu, L. Zhang, Comparative study on the effect of carbon nanotubes and carbon black on fatigue properties of natural rubber composites, Int J Fatigue 163 (2022). https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2022.107094.
- [23] A. Ciampaglia, R. Ciardiello, F. Cesano, G. Belingardi, V. Brunella, Multifunctional material design for strain sensing: Carbon black effect on mechanical and electrical properties of polyamides, Compos Struct 304 (2023). https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2022.116373.
- [24] V. Brunella, B.G. Rossatto, D. Scarano, F. Cesano, Thermal, morphological, electrical properties and touch-sensor application of conductive carbon black-filled polyamide composites, Nanomaterials 11 (2021). https://doi.org/10.3390/nano11113103.



- [25] A. Caradonna, C. Badini, E. Padovano, A. Veca, E. De Meo, M. Pietroluongo, Laser treatments for improving electrical conductivity and piezoresistive behavior of polymer-carbon nanofiller composites, Micromachines (Basel) 10 (2019). https://doi.org/10.3390/mi10010063.
- [26] C. Mastropasqua, A. Veca, A. Damin, V. Brunella, F. Cesano, Functional Piezoresistive Polymer Composites Based on CO2 Laser-Irradiated Graphene Oxide-Loaded Polyurethane: Morphology, Structure, Electrical and Piezoresistive Properties, Nanomaterials 13 (2023). https://doi.org/10.3390/nano13010168.
- [27] G. El Haber, L. Noel, C.F. Lin, S. Gree, L. Vidal, H.W. Zan, N. Hobeika, O. Lhost, Y. Trolez, O. Soppera, Near-Infrared Laser Direct Writing of Conductive Patterns on the Surface of Carbon Nanotube Polymer Nanocomposites, ACS Appl Mater Interfaces 13 (2021) 49279–49287. https://doi.org/10.1021/acsami.1c12757.
- [28] Y.H. Yen, C.S. Hsu, Z.Y. Lei, H.J. Wang, C.Y. Su, C.L. Dai, Y.C. Tsai, Laser-Induced Graphene Stretchable Strain Sensor with Vertical and Parallel Patterns, Micromachines (Basel) 13 (2022). https://doi.org/10.3390/mi13081220.
- [29] A.F. Carvalho, A.J.S. Fernandes, C. Leitão, J. Deuermeier, A.C. Marques, R. Martins, E. Fortunato, F.M. Costa, Laser-Induced Graphene Strain Sensors Produced by Ultraviolet Irradiation of Polyimide, Adv Funct Mater 28 (2018). https://doi.org/10.1002/adfm.201805271.
- [30] L.A. Groo, J. Nasser, L. Zhang, K. Steinke, D. Inman, H. Sodano, Laser induced graphene in fiberglass-reinforced composites for strain and



damage sensing, Compos Sci Technol 199 (2020). https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2020.108367.

- [31] F.M. Oliveira, N. Dencheva, Z. Denchev, F.S. Silva, Ó. Carvalho, C.G. Moura, Patterned Electroconductive Networks in Ag-Polyamide 6 Composites by Laser Ablation, Macromol Mater Eng 306 (2021). https://doi.org/10.1002/mame.202100308.
- [32] A. Ciampaglia, S. Roccia, R. Ciardiello, Experimental study on the electrical conductivity and strain sensitivity of fibre-reinforced thermoplastic for structural health monitoring, Compos Struct 353 (2025). https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2024.118729.
- [33] Test Method for Tensile Properties of Plastics, (2014). https://doi.org/10.1520/D0638-14.
- [34] Test Method for Tension-Tension Fatigue of Polymer Matrix Composite Materials, (2023). https://doi.org/10.1520/D3479\_D3479M-19R23.
- [35] L. Yung-Li, P. Jwo, H. Richard, B. Mark, Fatigue Testing and Analysis
  (Theory and Practice), Elsevier, 2005. https://doi.org/https://doi.org/10.1016/B978-0-7506-7719-6.X5000-3.
- [36] H. Montazerian, A. Dalili, A.S. Milani, M. Hoorfar, Piezoresistive sensing in chopped carbon fiber embedded PDMS yarns, Compos B Eng 164 (2019) 648–658. https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2019.01.090.

