

Technische Universiteit Delft
Laboratorium voor Materiaalkunde
Sectie Breuk- en langeduur gedrag
Rotterdamseweg 137
2628 AL Delft

Mei 1992

J-integraal bepaling van Hoge Dichtheid PolyEtheen

(deel 1: tekst)

Door: H. ten Klooster

Begeleiders: prof. dr. ir. A. Bakker
ir. A.C. Riemslag

afstudeerverslag van
H. ten Klooster

J-integraal bepaling van Hoge Dichtheid PolyEtheen

deel 1: tekst

Door: Harry ten Klooster

Voorwoord

Dit afstudeeronderzoek is mede tot stand gekomen door de medewerking van vele personen. Ik wil iedereen die op welke wijze dan ook heeft meegewerkt aan dit onderzoek op deze wijze bedanken.

In het bijzonder wil ik de begeleiders prof. Ad Bakker en Ton Riemslag bedanken voor hun begeleiding en de zeer waardevolle discussies die aan dit onderzoek een extra waarde hebben gegeven. Hun inzet en enthousiasme tijdens mijn werk was telkens weer een grote stimulans.

Ook wil ik de studenten: Joko Triwibowo, Natascha de Klerk, Widjai van Dam, Harald van de Mijle Meijer, Jolien Stevels, Marcel Posthumus en Micky de Kanter bedanken voor hun hulp tijdens mijn onderzoek. Speciaal wil ik Jolien bedanken voor de in deel 2 opgenomen foto van de proefopstelling.

Tevens bedank ik de instrumentmakerij voor de hulp bij het bewerken van de proefstukken en voor het verzorgen van de nodige onderdelen voor de proefopstelling.

Tenslotte bedank ik alle leden van de sectie TMC II voor de prettige conversaties en discussies die aan de koffietafel zijn gevoerd.

Samenvatting

Het bepalen van de breuktaaiheid van taai materialen wordt vaak als een groot probleem gezien. Voor metalen hebben de onderzoekers de J-integraal methode toegepast om de breuktaaiheidswaarde vast te kunnen stellen. Voor de bepaling van de breuktaaiheid van kunststoffen wordt ook steeds meer gebruik gemaakt van de J-integraal methode. Er bestaan desondanks nog steeds problemen omtrent de vaststelling van de bepaling van de weerstandskrommes waaruit de karakteristieke materiaalparameters volgen en hun toepassing in de elastisch plastische breukmechanica bij de voorspelling van breuk in kunststoffen.

In dit verslag worden de resultaten van J-integraal onderzoeken aan HDPE gepresenteerd. Er zijn twee series proefstukken gebruikt waarvan de afmetingsverhouding twee is. Als kerfmethode is de voorvermoeling toegepast. Er is bij de uitvoering van de J-proeven gebruik gemaakt van het protocol voor de J-R kromme testen van kunststoffen [1].

Er is onderzoek verricht naar de optimale procedure voor de bepaling van de J_{Ic} -waarde. De openbreekprocedure blijkt van grote invloed te zijn op de Δa -bepaling.

Ook is de toepasbaarheid van de key curve methode op kunststoffen onderzocht. Uit de $P-\Delta$ diagrammen blijkt dat het verschil in hellingen te groot is om met de key curve methode een uitspraak te doen over de scheuruitbreiding Δa .

Uit de verkregen J-R krommen blijkt dat de J-waarde bij 0.2 mm scheurgoei, die wordt aangemerkt als de kritische J-waarde, voor de kleine proefstukken lager ligt dan bij de grote proefstukken.

Verder is er gekeken naar de invloed van de afmetingen op de J-R-curve. De ASTM afmeting eis B, $b \geq 25 J_{Ic}/\sigma_y$ voor de bepaling van de plane strain breuktaaiheidswaarde is onderzocht voor SENB proefstukken. De resultaten tonen aan dat de ASTM eis voor de minimale proefstukbreedte (zeer) kleine proefstukafmetingen geeft.

Uit de resultaten is het niet geheel duidelijk of er een verband bestaat tussen J en het plastische deel van de scheurtipopening $\delta_{t,pl}$. De waarde van helling m, die het verband tussen J en $\delta_{t,pl}$ aangeeft, vertoont voor de grote proefstukken een grote spreiding. Voor de kleine proefstukken is er geen verband gevonden. Tenslotte is aan de hand van SEM opnamen een beter inzicht verkregen in de processen die zich tijdens het belasten van het proefstuk rond de scheurtip hebben afgespeeld. Hieruit valt te concluderen dat de restbreukprocedure grote invloed heeft op de Δa bepaling en dus de bepaling van de J_{Ic} -waarde.

Summary

The measurement of fracture toughness in tough materials has been recognized as a difficult problem. In the case of metals, one is applying the J-integral to obtain this fracture toughness value. However, there still remain problems concerning both the generation and measurement of J-R curves as a material characterizing parameter and their application in ductile fracture analyses for failure prediction.

This paper reports the results of investigations conducted on high density polyethylene. Two different types of specimens were used: the size-ratio is two. The specimens were fatigue precracked. The tests were carried out by applying the testing protocol for conducting J-R curve tests on plastics [1].

Some investigations were made to find the optimum procedure for the determination of the J-integral. The optimum procedure for breaking open a specimen seems to influence the measurement of the final crack front on the testpiece.

The use of the key curve method to characterize fracture is examined. According to the large scatter in slopes of the P- Δ diagrams, the key curve method can not be applied to describe the crack extension Δa .

$J_{0.2}$, which measures the fracture resistance at 0.2 mm of the total crack growth is used to give an estimation of J close to the point of crack initiation. The value of $J_{0.2}$ seems to be lower for smaller specimens compared to the larger specimens.

The effect of the specimen size on fracture toughness J_{Ic} is investigated. The ASTM specimen size criteria of $B, b \geq 25 J_{Ic}/\sigma_y$ for valid plane strain fracture toughness determination is examined for SENB specimens. The results show that the ASTM requirement does hold but that the calculated dimensions are very small.

The slope m was shown to describe the relation between J and the plastic part of the crack tip opening $\delta_{t;pl}$. Results indicated that there is no clear correlation between J and $\delta_{t;pl}$.

Finally, SEM photographs were taken to determine the different fracture processes around the crack tip. The procedure for breaking open a specimen seems to be very important for the determination of the J_{Ic} value.

INHOUDSOPGAVE

Symbolenlijst.....	1
1. Inleiding.....	4
2. De J-integraal theorie.....	5
2.1. INLEIDING.....	5
2.2. DE J-INTEGRAAL.....	5
2.3. DE COD BENADERING.....	7
2.4. DE RELATIE TUSSEN J EN COD.....	8
3. Materiaal en proefstukgeometrie.....	9
3.1. HET MATERIAAL.....	9
3.2. DE PROEFSTUKGEOMETRIEEN.....	11
4. De uitvoering van de experimenten.....	12
4.1. DE VOORVERMOEIING.....	12
4.1.1. <u>Inleiding</u>	12
4.1.2. <u>Experimenteel</u>	12
4.1.3. <u>Resultaten van de voorvermoeiing</u>	13
4.2. HET BELASTEN VAN DE PROEFSTUKKEN TER BEPALING VAN DE J-WAARDEN.....	15
4.2.1. <u>De proefopstelling</u>	15
4.2.2. <u>Het belasten van de proefstukken</u>	15
4.3. HET BEPALEN VAN DE SCHEURUITBREIDING Δa	17
4.3.1. <u>Δa bepaling vanaf het breukoppervlak</u>	17
4.3.2. <u>De key curve methode</u>	20

5. Resultaten en bespreking van de J-proeven.....	23
5.1. BESPREKING VAN DE KRITISCHE J-WAARDE ($J_{0.2}$).....	23
5.2. HET VERBAND TUSSEN J EN δ_{tp}	24
5.3. DISCUSSIE VAN DE RESULTATEN.....	26
 6. Het onderzoek naar het breukgedrag.....	 28
6.1. CRAZING.....	28
6.2. BESPREKING VAN DE SEM OPNAMEN.....	30
 7. Conclusies.....	 35
 LITERATUURLIJST.....	 37

APPENDICES

APPENDIX A:

Voorvermoeling..... I

APPENDIX B:

Key curve..... II
THEORIE KEY CURVE METHODE..... II

APPENDIX C:

Checklist..... V

SYMBOLENLIJST

Bij J-integraal theorie:

a	de scheurlengte
a_{vv}	de voorvermoeiingsscheurlengte
a_{rb}	de scheurlengte tot aan de restbreuk
A_e	het elastische deel van de energie U
A_p	het plastische deel van de energie U
Δ	de verplaatsing van de belasting
Δ_e	het elastisch deel van Δ
Δ_{pl}	het plastisch deel van Δ
Δa	de scheuruitbreiding bepaald met de negenpunts-methode
Δa_f	het scheuruitbreidingsdeel met een fijn sponsachtige structuur
Δa_g	het scheuruitbreidingsdeel met een grof sponsachtige structuur
Δa_s	het scheuruitbreidingsdeel met de schollen
Δa_{sp}	het scheuruitbreidingsdeel met de gehele sponsachtige structuur
δ_e	het elastisch deel van de δ_t
$\delta_{t;pl}$	het plastisch deel van de δ_t
$\delta_{t;pl;cr}$	de kritische waarde van $\delta_{t;pl}$
δ_t	de scheurtipopening
J	de totaal gecorrigeerde J-waarde
J_c	de kritische J-waarde onder mode I belasting
J'	de voor scheurgroei gecorrigeerde J-waarde

$J_{0.2}$	de J-waarde bij een scheurgroei van 0.2 mm.
η_e	de elastische component
η_p	de plastische component
m	de parameter die het verband aangeeft tussen J/σ_y en δ_t
T	tractie op een lichaam
Γ	de omtrek
U_p	de potentiële energie
U	de totale, gecorrigeerde energie
U_Q	de totale, niet gecorrigeerde energie
U_C	de indrukingscorrectie-energie

Betreffende het materiaal en het proefstuk:

b	het ligament bepaald met de negenpuntsmethode
B	de proefstukdikte
B_N	de proefstukdikte na het aanbrengen van zijgroeven
E	de elasticiteitsmodulus
ρ	de dichtheid van de kunststof
S	de opspanlengte
σ_y	de vloeispanning
T_g	de glastemperatuur van een kunststof
T_m	de smelttemperatuur van een kunststof
W	de proefstukhoogte

Overig:

COD	Crack Displacement Opening
da/dN	de vermoeiingsscheurgroeisnelheid
f	de frequentie bij het voorvermoeien
K_{Ic}	de kritische K-waarde onder mode I belasting
K_{max}	de maximale waarde van de spanningsintensiteitsfactor
R	de R waarde bij het voorvermoeien
v_e	het elastisch deel van de v_g
v_g	de scheuropening gemeten vanaf de zijkant
v_p	het plastisch deel van de v_g
z	de afstand van de clipmesjes tot de zijkant

1. Inleiding

Kunststoffen worden steeds meer toegepast, vooral in belasting dragende constructies. Aan de kunststoffen worden daardoor strengere eisen gesteld. Het is dus belangrijk dat de mechanische eigenschappen van kunststoffen goed bekend zijn. De bepaling van het breukgedrag en de vaststelling van het breukmechanisme van kunststoffen geeft de constructeurs zeer bruikbare informatie in handen die bij het ontwerpen van kunststof constructie-onderdelen gebruikt kan worden.

Het is moeilijk om over de eigenschappen van kunststoffen te spreken. Deze eigenschappen zijn onder andere sterk temperatuur- en tijdsafhankelijk. Het (mechanisch) gedrag van polyetheen is sterk visco-elastisch / visco-plastisch. Dit betekent dat er sterke niet-lineariteiten optreden. Beschrijving van het breukgedrag van polyetheen is daarom ook een groot probleem.

In de praktijk heeft men behoefte aan een vastgestelde breukparameter. De J-integraal is een veel toegepaste methode om de breuktaaiheid van metalen vast te kunnen stellen.

Tijdens dit afstudeerproject is er onderzoek verricht naar de toepasbaarheid van de J-integraal voor de bepaling van de breuktaaiheid van Hoge Dichtheid Poly-Etheen (HDPE). Daarbij is gebruik gemaakt van SENB proefstukken van verschillende grootte. Er is getracht een optimale procedure vast te stellen voor de bepaling van de J_{Ic} -waarde van HDPE en daarbij te kijken naar de invloed die de verschillende afmetingen hebben op deze J_{Ic} -waarde. Bij de uitvoering van de proeven is gebruik gemaakt van het protocol van Hale [1].

Tevens is er gekeken naar de toepasbaarheid van de key curve methode, die ontwikkeld is door Rice et al. [2], op kunststoffen. Met de key curve methode kan de scheurgroei voorspeld worden met behulp van slechts één enkel proefstuk.

Tenslotte is aan de hand van SEM opnamen getracht het breukmechanisme van HDPE vast te stellen. Er is wat betreft het breukmechanisme een groot verschil tussen metalen en kunststoffen. De scheurvorming van kunststoffen ontwikkelt zich vanuit een craze, de voorloper van een scheur. De initiatie en de propagatie van een craze vormen de basis voor het uiteindelijke bezwijken van een kunststof.

2. De J-integraal theorie

2.1. INLEIDING

In de breukmechanica worden de initiatie en de propagatie van scheuren in constructies bestudeerd. Bij analyse van de propagatie van een scheur wordt uitgegaan van een energiebalans. Deze energiebalans bestaat in het geval van een groeiende scheur uit twee componenten: een veranderende spannings-energie en een toenemende energie nodig voor het vergroten van het oppervlak. Dit is in principe van toepassing op alle materialen. In de praktijk blijken voor de beschrijving van het breukgedrag van brosse materialen deze beide energiën nodig te zijn. Voor taaie materialen is de energie om het scheur-oppervlak te vergroten zeer klein ten opzichte van de arbeid die nodig is voor plastische deformatie. Door Irwin werd dan ook een nieuwe materiaaleigenschap ingevoerd: de totale geabsorbeerde energie per eenheid van dikte en per eenheid van scheuruitbreiding, aangeduid met G . Bij het ontstaan van een kritische spanningsverdeling zal G volgens de energiebeschouwing een kritische waarde bereiken. Omdat bij taaie materialen er voor de scheurtip een aanzienlijke plastische vervorming op zal treden, kan de lineair elastische breuktheorie niet worden toegepast. Die theorie staat namelijk alleen kleine hoeveelheden plastische vervorming voor de scheurtip toe. Voor de beschrijving van het elastisch plastisch breukgedrag van materialen wordt gebruik gemaakt van de J-integraal en de Crack Tip Opening Displacement (CTOD). Deze twee breukparameters zullen in de volgende paragrafen worden besproken.

2.2. DE J-INTEGRAAL

De J-integraal, die door Rice is geïntroduceerd als een twee dimensionale energie-lijnintegraal, is vergelijkbaar met de bovengenoemde waarde G . J kan gebruikt worden voor de beschrijving van de rond de scheurtip bestaande spannings- en rektoestand. J kan worden bepaald volgens de volgende definitie:

$$J = \int_{\Gamma} W \, dy - \int_{\Gamma} T_i \frac{\partial u_i}{\partial x} \, ds \quad (2.1.)$$

$$W = W(x,y) = \int_0^{\epsilon} \sigma_{ij} \, d\epsilon_{ij} \quad (2.2.)$$

In formule 2.1. is Γ een willekeurig te kiezen integratiepad rond de scheurtip, T is de tractie op het oppervlak van de contour, u is de verplaatsingscomponent in de x -richting, W is de rekenergie per volume-eenheid en dS is een deel van het integratiepad Γ . In figuur 2.1. worden deze grootheden schematisch aangegeven.

J is alleen strikt geldig als de belasting constant toeneemt en als de scheur niet groeit. De kritische waarde van J onder mode I belasting, aangeduid met J_{Ic} , is die waarde waarbij een scheur begint te groeien. De J-integraal heeft als groot voordeel dat de breuktaaiheid van gescheurde onderdelen kan worden bepaald, zelfs als de hoeveelheid plastische deformatie vrij groot is. Een ander groot voordeel voor de bepaling van J_{Ic} is dat de afmetingen van de gebruikte proefstukken klein gehouden kunnen worden.

Voor visco-elastische materialen geeft de tijdsafhankelijkheid in het gedrag een nieuw probleem. Als de tijdsafhankelijkheid als onafhankelijke variabele wordt beschouwd, bijvoorbeeld door de proeven bij een constante reksnelheid uit te voeren, dan mag de J-integraal theorie worden toegepast.

De J-integraal kan worden gesplitst in een elastisch deel en een plastisch deel volgens:

$$J = \frac{\eta_e A_e}{B b} + \frac{\eta_p A_p}{B b} \quad (2.3.)$$

Hierin is A_e het elastische deel van de energie en A_p het plastische deel van de energie. De factoren η_p en η_e zijn respectievelijk de plastische en elastische factoren, B de breedte van het proefstuk en b het ligament. .

Dit wordt als de algemene definitie van de J-integraal beschouwd.

Als aan de voorwaarden

1. $(a/W) > 0.45$
2. $S = 4W$

wordt voldaan, geldt $\eta_e = \eta_p = 2$. Hierdoor wordt voor een gescheurde buigbalk de J-vergelijking:

$$J = \frac{2U}{Bb} \quad (2.4.)$$

waarin U de energie is, gelijk aan het oppervlak onder het P- Δ diagram. Voor proefstukken voorzien van zijgroeven wordt in de bovenstaande vergelijking B vervangen door B_N , de minimale breedte na het aanbrengen van zijgroeven.

Het voordeel van vergelijking 2.4. is dat de energie niet meer gesplitst hoeft te worden in een elastisch en plastisch deel.

Vergelijking 2.4. vormt de basis voor het bepalen van de weerstandskromme, het J- Δa diagram, en daaruit voortkomend de waarde van J_{Ic} .

Zoals eerder opgemerkt is de J-integraal geldig tot het moment van scheurgroei. De J-integraal kan ook gebruikt worden in geval van scheurgroei, mits deze scheurgroei klein is ten opzichte van het ligament b. De toegepaste formule voor de correctie is [1]:

$$J' \approx J \left(1 - \frac{\Delta a}{b} \right) \quad (2.5.)$$

waarin J is berekend volgens vergelijking 2.4.

2.3. DE COD BENADERING

Naast de J-integraal als methode voor de bepaling van de breuktaaiheid wordt ook de Crack Tip Opening Displacement (CTOD of ook COD) veel gebruikt. De COD is een maat voor de grootte van de plastische deformatie aan de scheurtip. De opening aan de scheurtip dient hierbij vastgesteld te worden. Op het moment van scheurinitiatie bereikt de scheurtipopening δ_t een kritische waarde.

Directe meting van δ_t is niet mogelijk. Er wordt om deze reden gebruik gemaakt van de bepaling van de scheuropening aan of nabij het onderoppervlak van het proefstuk.

Bij grote plastische vervormingen aan de scheurtip wordt verondersteld dat het ligament als een plastisch scharnier fungeert. Uit figuur 2.3. kan de grootte van δ_t afgeleid worden:

$$\delta_t = \frac{0.4 (W - a)}{(a - z + 0.4 (W - a))} v_g \quad (2.6.)$$

De waarde van de scheuropening v_g wordt gedurende de proef gemeten. W is de proefstukhoogte, a is de scheurlengte en z is een correctie voor de plaats van de clipmesjes.

De toeneming van de scheuropening wordt veroorzaakt door twee effecten (figuur 2.4.):

- de elastische opening van de scheur
- de rotatie rond draaipunt r van het plastisch scharnier

De scheurtipopening δ_t wordt bepaald door de som van de elastische en de plastische bijdragen.

De elastische bijdrage δ_e wordt volgens de lineair elastische breukmechanica berekend. Hierbij wordt gebruik gemaakt van het Dugdale strip yield model. Het Dugdale strip yield model wordt toegepast als plastische vervorming aan de scheurtip zeer gering is [6].

De plastische bijdrage δ_p wordt berekend met behulp van het plastische deel v_p van de scheuropening:

$$\delta_p = \frac{0.4 (W - a)}{(a - z + 0.4 (W - a))} v_p \quad (2.7.)$$

Het plastische deel v_p van de scheuropening wordt bepaald met behulp van het P - v_g diagram.

Nu is de scheurtipopening δ_t gelijk aan:

$$\delta_t = \delta_e + \delta_p = \frac{K_{\max}^2}{E\sigma_y} \left[\frac{1 - \nu^2}{2} \right] + \frac{0.4 (W - a)}{(a - z + 0.4 (W - a))} v_p \quad (2.8.)$$

waarin v_p het plastische deel is van de totale scheuropening v_g .

Uit de opgenomen P- v_g diagrammen van beide series proefstukken kan de grootte van v_p niet bepaald worden. Uit de diagrammen blijkt dat er rond de oorsprong geen deel aanwezig is waar een duidelijk lineair verband bestaat tussen P en v_g . De bepaling van een helling in het diagram kan tussen de verschillende proefstukken leiden tot aanzienlijke variaties in v_e met als gevolg variaties in de waarden voor v_p .

Figuur 2.5. geeft een voorbeeld van een P- v_g diagram. Het verloop als gegeven door deze kromme is bij alle proefstukken waargenomen.

Er is om de hiervoor genoemde reden gekozen voor een benadering van δ_t . Deze wijkt af van de gangbare methode:

Uit vergelijking 2.8. wordt δ_e berekend met behulp van vergelijking A.2., waaruit K_{max} bepaald wordt. De grootte van δ_t wordt berekend volgens vergelijking 2.6. Het verschil tussen deze twee waarden levert δ_p op.

2.4. DE RELATIE TUSSEN J EN COD

Voor de beschrijving van de breuktaaiheid worden zowel de J als COD methode veelvuldig toegepast. Er blijkt theoretisch gezien een verband te bestaan tussen beide concepten. Het verband wordt in het algemeen aangegeven met:

$$J = m \delta_{t,pl} \sigma_y \quad (2.9.)$$

Hierbij is m een coëfficiënt en is σ_y de vloeispanning van het materiaal. Het plastische gedeelte van de scheurtipopening $\delta_{t,pl}$ wordt gebruikt

Voor metalen varieert coëfficiënt m tussen 1.15 en 2.95.

Uit berekeningen is gebleken dat de waarde van m afhankelijk is van σ_y/E en de verstevigingsexponent n van het materiaal.

3. Materiaal en proefstukgeometrie

3.1. HET MATERIAAL

De proefstukken voor het uitvoeren van de J-integraal proeven zijn vervaardigd van het materiaal Hoge Dichtheid PolyEtheen (HDPE).

De moleculaire opbouw van polyetheen is eenvoudig: de hoofdketen bestaat uitsluitend uit koolstofatomen en is geheel verzadigd:



Hoge dichtheid polyetheen is een kunststof die relatief weinig is vertakt: de ketenregelmaat is op weinig plaatsen verstoord. De regelmatige ketenopbouw bevordert de vorming van kristallijne gebieden in de structuur. Volledige kristallisatie is echter onmogelijk. Tussen de kristallijne gebieden bevinden zich amorf gebieden die in de rubbertoestand verkeren. In de amorf gebieden is de regelmatige structuur verstoord. De ontstane structuur wordt een semi-kristallijne structuur genoemd.

De semi-kristallijne structuur wordt in het algemeen beschreven met het fringed micelle model [7]. De ketens vormen afwisselend kristallijne (regelmatige) en amorf (onregelmatige) gebieden. HDPE bezit een grote taaiheid ten gevolge van amorf gebieden in de semi-kristallijne structuur. De kristallijne fase geeft de kunststof de nodige sterkte en stijfheid.

Van HDPE zijn de volgende gegevens bekend betreffende het kristallijn gehalte:

tabel 3.1. gegevens betreffende het kristallijn gehalte in HDPE

volume fractie kristallijn	0.70 - 0.85
dichtheid kristal	1.00 kg/dm ³
dichtheid amorf	0.855 kg/dm ³
dichtheid HDPE	0.95 kg/dm ³

Onder een spanning zullen de molecuulketens zich gaan richten. In het materiaal zijn al oriëntaties aanwezig vanwege het fabricageproces. De kristallijne en de amorf gebieden hebben elk een bepaalde mate van ketenoriëntatie. Door de aangelegde spanning worden de kristallieten langer en smaller en neemt de mate van kristalliniteit en dus de dichtheid toe.

De mechanische eigenschappen van kunststoffen worden bepaald door de ketenlengte en de vorm van het ketens (vertakt of lineair). De energie nodig om de ketens te vervormen is hierbij van belang.

Polyetheen heeft in vergelijking met andere kunststoffen een lage elasticiteitsmodulus, hoewel de elasticiteitsmodulus sterk afhankelijk is van de kristallisatiegraad en de afstand van de gebruikstemperatuur tot de glastemperatuur T_g [8].

Voor de karakterisering van kunststoffen zijn de glastemperatuur T_g en de smelttemperatuur T_m van groot belang. Doordat HDPE een grote ketenstijfheid bezit is de smelttemperatuur hoger. Dit is eenvoudig uit de thermodynamica af te leiden [8]. Toch gaat deze regel niet altijd op.

De ketenlengte, de ketenoriëntatie, het aantal stoorplaatsen in de keten, de spreiding in T_m , de kristalgrootte en de kristallisatietemperatuur beïnvloeden elk het smeltpunt op hun eigen wijze.

Uit een kracht-rek diagram kunnen een aantal belangrijke mechanische eigenschappen van polyetheen worden gehaald.

Zo zijn er verschillende elasticiteitsmoduli te bepalen, namelijk E_0 , E_t en E_s (zie figuur 3.1.). In deze figuur is ook de vloeigrens σ_y aangegeven. Dit is het punt waarbij het materiaal in feite bezwijkt. Enkele onderzoekers geven aan dat de vloeigrens bepaald wordt door het ontstaan van deformatiebanden. Afschuiving is een belangrijk mechanisme van het deformatie- en breukgedrag van kunststoffen.

De treksterkten van polymeren liggen nogal ver uit elkaar. Uit vergelijkingen blijkt dat HDPE vanwege de structuur tot de (zeer) taaie kunststoffen behoort. Er moet wel opgemerkt worden dat de tijdschaal sterk van invloed is op de treksterkte. Na zeer lange tijden (in de orde van enkele jaren) ontstaan er in laag belast polyetheen kleine brosse haarscheuren, die uiteindelijk tot een grote scheur zullen uitgroeien.

Er is een moeilijk betrouwbare schatting te maken van de toelaatbare spanning waarbij geen breuk zal optreden (figuur 3.2.).

Een haarscheurtje in het materiaal kan ontstaan uit een beschadiging in het materiaal als gevolg van de veranderende structuur of van het fabricageproces. De kleine scheuren zijn nog gevuld met fibrillen die de breukvlakken overbruggen. Dit wordt een craze genoemd. In lit 5. is het crazegedrag uitvoerig behandeld. Ook in § 6.1 wordt ruime aandacht besteed aan het mechanisme crazing.

Vanaf een bepaald deformatieniveau ontstaan er crazes. De bijbehorende kritische rek is afhankelijk van de aangelegde spanning.

Polyetheen komt in verschillende vormen voor:

- LDPE (lage dichtheid polyetheen $\rho \approx 0.92 \text{ kg/m}^3$)
- LLDPE (linear low density polyetheen $\rho \approx 0.92\text{-}0.95 \text{ kg/m}^3$)
- HDPE (hoge dichtheid polyetheen $\rho \approx 0.95 \text{ kg/m}^3$)

De stijfheid van de kunststof neemt toe met toenemende dichtheid. Bij temperaturen rond de 110°C verliest polyetheen geleidelijk de stijfheid. De ketens kunnen bij deze temperaturen gemakkelijk bewegen. Daarom wordt als maximale gebruikstemperatuur 100°C aangehouden.

De gebruikte SENB proefstukken zijn uit geperste platen gefabriceerd. De belangrijkste eigenschappen van het materiaal, zoals dit door de leverancier Eriks is opgegeven, worden in tabel 3.2. weergegeven.

Tabel 3.2. Eigenschappen van HDPE zoals opgegeven door leverancier Eriks

handelsnaam	Multilene D. 500	vloeispanning	28 N/mm ²
soortelijke massa	0.95 kg/m ³	rek bij breuk	> 600%
smelttemperatuur	136 °C	E-Modulus (buig)	1100 N/mm ²

3.2. DE PROEFSTUKGEOMETRIEEN

Er is gebruik gemaakt van grote en kleine Single Edge Notched Bend (SENB) proefstukken en grote en kleine key hole proefstukken.

De geometrie van de grote en kleine SENB-proefstukken is in respectievelijk figuur 3.3. en figuur 3.4. weergegeven. Uit deze figuren blijkt dat de relevante afmetingen S, W, B en B_N telkens een factor twee verschillen. In ieder proefstuk is een machinaal gemaakte chevron notch aangebracht om de scheurgroei tijdens de voorvermoeiing te kunnen sturen.

De gaten A en B zijn gebruikt voor de oplegging van de bladveer, waarmee de verplaatsing van de belasting tijdens de proef, uitgedrukt als Δ , wordt geregistreerd. Deze oplegpunten van de bladveer liggen exact boven de oplegrollen van het aambeeld, die op een afstand S (=4W) van elkaar liggen. Dit is conform de ASTM normen gegeven voorwaarden.

De aangegeven insparingen C en D zijn voor de bevestiging van de clipmesjes, waaraan een COD opnemer geplaatst wordt voor de bepaling van de scheuropening v_g tijdens de proef. De clipmesjes zijn niet op de onderzijde van het proefstuk geplaatst, omdat daar de kans op verschuiving van de mesjes onder invloed van de klemkracht van de COD opnemer groter is.

De kleine proefstukken zijn (na uitvoering van de proeven aan de grote proefstukken) gefabriceerd uit de restanten van de grote proefstukken. Deze zijn exact uit het midden van de restanten gehaald (figuur 3.5.) om zo eventuele effecten als gevolg van het fabricageproces van de kunststof tot een minimum te beperken.

De codering die in dit verslag zal worden aangehouden is B50 voor de grote en B25 voor de kleine proefstukken. De proefstukcode wordt voorafgegaan door het proefstuknummer.

De geometrie van de grote en kleine key hole proefstukken is in respectievelijk figuur 3.6. en figuur 3.7. weergegeven. Het kleine key hole proefstuk is eveneens uit het midden van een restant van de B50 proefstukken gehaald. Ook bij het belasten van deze proefstukken zijn een bladveer en COD opnemer geplaatst. De tipradius van de key hole is 1 mm., overeenkomstig wat aangegeven staat in de literatuur [9].

4. De uitvoering van de experimenten

De uitvoering van de J-proeven valt uiteen in de voorvermoeiing van de proefstukken, het belasten van de voorvermoeide proefstukken, het koud doorbreken van de belaste proefstukken en de meting van de scheuruitbreiding Δa vanaf het breukoppervlak.

Deze delen van de uitvoering zullen achtereenvolgens in dit hoofdstuk worden behandeld.

4.1. DE VOORVERMOEIING

4.1.1. Inleiding

De scherpste van een kerf bepaalt in sterke mate de gemeten waarde van de breuktaaiheid van een materiaal. Er is een scherpe scheur nodig om de exacte waarde van de breuktaaiheid te kunnen bepalen. Dit is dan de meest ongunstige situatie die gecreëerd kan worden en deze leidt tot de bepaling van de gewenste breukparameter. Bij metalen wordt een scherpe scheur verkregen door voorvermoeiing.

Bij taaie kunststoffen moet het kerven met grote voorzichtigheid gebeuren. Door ruwweg een mesje in het materiaal te duwen worden veel drukspanningen in het materiaal gebracht en juist rond de scheurtip. Dit kan een negatieve invloed hebben op de proefresultaten.

In de literatuur wordt (waarschijnlijk vanwege het ontbreken van vermoeiingsapparatuur) dikwijls een scheermesje in de kunststof getikt (Eng.: 'tapping'). Omdat de kerf gemaakt met een scheermesje enkele keren langer moet zijn dan de tip-radius van de machinale kerf, wordt het mesje ook wel eens door de machinale kerf getrokken (Eng.: sliding, drawing; [1] en [3]).

Deze verschillende methoden hebben als nadeel dat er in meer of mindere mate drukspanningen rond de scheurtip worden geïntroduceerd. Door het toegepaste fabricageproces van de kunststof proefstukken ontstaan er restspanningen in het materiaal. Door een proefstuk te annealen na het kerven kan de grootte van het totaal aan inwendige spanningen verlaagd worden.

Op grond van een artikel van Jones en Walter [10] is voor het voorvermoeiingsproces gekozen.

In dat artikel geven de auteurs aan dat voorvermoeien een meer dan 30% lagere J_c -waarde oplevert dan wanneer er gekerfd wordt met een scheermesje. Verdere gegevens betreffende de ingestelde vermoeiingsparameters en de J -waarde bepaling ontbreken in dit artikel.

In appendix A worden in het kort enige begrippen uit de vermoeiing behandeld.

4.1.2. Experimenteel

Alle proefstukken van de serie B50 en B25 zijn bij kamertemperatuur ($\approx 23^\circ\text{C}$) voorvermoeid.

Proefstukken 1B50 en 2B50 zijn voorvermoeid op de 2.5 tons Schenck vermoeiingsbank type OF4 - 2.0/3.

De overige B50 proefstukken en alle B25 proefstukken zijn voorvermoeid op de 10 tons Schenck vermoeiingsbank type PSB 3015.

In figuur 4.1. is de opstelling voor het voorvermoeien weergegeven.

De vermoeiingsscheurgroeisnelheid en dus de toegepaste vermoeiingsbelasting moet zo klein mogelijk zijn om:

- a. een scherpe scheur te verkrijgen en
- b. de tunneling te onderdrukken.

De proefstukken, met uitzondering van 9B50 en 10B50, zijn voorvermoeid met een frequentie van 5Hz en een R-waarde van 0.1. Met een kijker, die is opgesteld achter het proefstuk, is gedurende de vermoeiing de grootte van het ligament b aan de zijkant van het proefstuk vastgesteld.

Hieruit is de scheurlengte a (= W-b) bepaald. Met behulp van formule A.2. zijn de P_{max} -waarde en P_{mid} -waarde berekend en ingesteld tijdens de vermoeiing.

De proefstukken 9B50 en 10B50 zijn de laatste 5 mm van scheurlengte a met $f = 5\text{Hz}$ en $R = 0.4$ voorvermoeid totdat $a/W = 0.55$ is bereikt. Er is onderzocht of met deze proefstukken, voorvermoeid met $R = 0.4$, de scheuruitbreiding beter te onderscheiden is van de voorvermoeiing dan bij proefstukken voorvermoeid met $R = 0.1$. Bij toepassing van $R = 0.4$ is de K_{max} -waarde hetzelfde gehouden als bij de andere proefstukken.

Uit de vermoeiingsgegevens van Riemsag [11], verkregen met hetzelfde materiaal, blijkt dat bij een frequentie van 5 Hz bij en $\Delta K = 0.98 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ de vermoeiingsscheurgroeisnelheid da/dN ongeveer $1.05 \cdot 10^{-2} \mu\text{m/cycle}$ is. Bij een waarde van $\Delta K = 1.66 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ behoort een da/dN van circa $0.121 \mu\text{m/cycle}$ (figuur 4.2.).

Bij het eerste proefstuk (1B50) is begonnen met de ΔK -waarde van $0.75 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ($R = 0.1$) op te leggen. Hierbij werd er geen vermoeiingsscheurgroei geconstateerd. Bij het geleidelijk opvoeren van de ΔK -waarde, waarbij de R-waarde op 0.1 is gehouden, begint het proefstuk zeer langzaam te scheuren. Deze situatie wordt beschouwd als de toe te passen voorvermoeiingsbelasting.

Met het eerste proefstuk (1B50) zijn bij de betreffende scheurlengte de K-waarden bepaald, waarbij duidelijke vermoeiingsscheurgroei begint op te treden.

In figuur 4.3. is aangegeven welke K_{max} -waarde is gevonden bij welke scheurlengte a en hoe het verloop van de groeibanden op het voorvermoeiingsoppervlak is. Uit de figuur blijkt dat een vermoeiingsscheur vooruit groeit als er aan de zijkant zich een kerf bevindt. Dit duidt erop dat de spanningssituatie aan de zijkant van het proefstuk tijdens de voorvermoeiing verandert van plane strain (in het geval van de chevron notch) naar plane stress (de vlakke zijkant). Dit wordt door verschillende onderzoekers in de literatuur aangegeven [5].

In § 4.3. wordt nader op de scheuruitbreiding Δa en de breukvlakken ingegaan.

4.1.3. Resultaten van de voorvermoeiing

Het voorvermoeien van de SENB proefstukken is een langdurig proces. Om een voorbeeld te geven: wanneer de ΔK -waarden bekend zijn kost het totale voorvermoeiingsproces van een B50 proefstuk circa 80 uur. Om de voorvermoeiingstijd te verkorten is bij enkele proefstukken een gedeelte van de V-notch ingezaagd.

Daarna is er, voordat met het voorvermoeien wordt begonnen, met een scherp scheermesje zeer voorzichtig een circa 1.5 mm. diepe kerf aangebracht die over de breedte rond loopt (figuur 4.4.). Deze procedure blijkt de voorvermoeiingstijd aanzienlijk te reduceren.

De bepaling van de vermoeiingsscheurlengte a is niet eenvoudig. In figuur 4.1. is aangegeven hoe de scheurlengte a is bepaald. Achter het proefstuk is een lamp geplaatst waardoor de bepaling van de scheurlengte a vergemakkelijkt wordt. Het licht van de lamp wordt door het polyetheen sterk verstrooid. Bij de meting met de kijker (vergroting 10x) wordt de grootte van het ligament b (aan de zijkant) bepaald. Vermindering van W met deze waarde levert de scheurlengte a op. Bij $a/W = 0.55$ is de voorvermoeiing gestopt.

Uit de proeven is gebleken dat bij de aangegeven ΔK -waarden de scheurgroei-snelheid varieert tussen $8 \cdot 10^{-3} \mu\text{m}/\text{cycle}$ en $16 \cdot 10^{-3} \mu\text{m}/\text{cycle}$ (figuur 4.5.). Deze relatief grote verschillen in vermoeiingsscheurgroei-snelheid worden veroorzaakt door de discontinue scheurgroei die bij HDPE, maar ook bij andere kunststoffen optreedt [12].

Uit de scheurlengtemetingen is geconstateerd dat de scheurtip vaak iets is afgerond. Voor deze afronding bevindt zich een donker gebied. In dit gebied waarin zich geleidelijk holten vormen (damage zone) wordt het licht sterk verstrooid. De fibrillen in dit gebied worden sterker gerekt en zullen na verloop van tijd (als de belasting te hoog wordt) doorbreken waardoor de scheur plotseling doorschiet. De scheur zal stoppen wanneer de breukenergie te laag is geworden om de scheur verder uit te kunnen breiden. Er zal na het doorschieten op het breukvlak een vlak gedeelte te zien zijn. Dit is een lokale brosse breuk. Dit mechanisme zorgt voor de groeibandenstructuur op het breukvlak.

De grootte van de damage zone hangt af van scheurgroei-fase van de voorvermoeiing. Als lijnen langs de flanken van de voorvermoeiingsscheur doorgetrokken worden blijkt het ingesloten gebied een goede maat voor de grootte van de damage zone.

Na het doorschieten van de scheur is de scheurtip weer tamelijk scherp. Na enige tijd belast te zijn zal de scheurtip afronden en breder worden (blunten). Daarna zal er opnieuw een damage zone voor de scheurtip ontstaan waarmee het vermoeiingsscheurgroeimechanisme zich herhaalt.

De scheurfronten vertonen kleine uitstekende vezeltjes, afkomstig van de sterk gerekte en doorgebroken fibrillen. Dit is door de kijker ook vele malen waargenomen.

In het gedeelte waar de breedte B constant is blijkt een K_{max} -waarde van circa $1.375 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ een scheurgroei-snelheid te geven die zo klein is dat de scheurtip een scherpe aftekening geeft tegen het licht. Dit is met $R = 0.1$ bij een ΔK -waarde van $1.2375 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.

Kleinere ΔK -waarden leveren een sterkere blunting van de scheurtip op (met als gevolg scheurstop). De maximale belasting is in dat geval te laag om vermoeiingsscheurgroei te veroorzaken. Doordat het materiaal rond de scheurtip (wisselend) onder spanning staat zal het kruipmechanisme overheersen met blunting als gevolg. Voor grotere ΔK -waarden treedt een sterkere tunneling op. Dit ontstaat door het verschil in spanningstoestand tussen het midden en de zijkant van het proefstuk. Ook is bij hogere K -waarden een sterkere blunting van de tip waargenomen.

Bij de bepaling van de scheuruitbreiding Δa met de meetmicroscopie treden er meer problemen wanneer met $R = 0.4$ voorvermoeid is (proefstukken 9B50 en 10B50). Het breukoppervlak ver-toont een ruwer uiterlijk, waardoor de bepaling van de overgang voorvermoeiingsscheuruitbreiding wordt bemoeilijkt. Om deze reden is bij de overige proeven (B25) een R -waarde van 0.1 toegepast.

Zoals ook in de literatuur wordt aangegeven blijkt dat wanneer de zijkant van het proefstuk een scherpe kerf bezit, de voorvermoeiingsscheur in deze kerf vooruit loopt. Dit is duidelijk in figuur 4.3. aangegeven. De scheur groeit in het V-gedeelte aan de randen vooruit. Als de scheur is aangekomen bij de overgang naar het vlakke deel keert de kromming om. Dit is aan het verloop van de groei-banden duidelijk te zien. Bij de bepaling van de vermoeiingsscheurlengte a lijkt in dit gebied de scheur dan ook niet of erg langzaam te groeien.

4.2. HET BELASTEN VAN DE PROEFSTUKKEN TER BEPALING VAN DE J-WAARDEN

4.2.1. De proefopstelling

De opstelling voor de bepaling van een J -waarde is in figuur 4.6. gegeven. De oplegafstand S van de rollen is conform de normen [8] en [9] gesteld op $4W$. Voor de B50 proefstukken is de oplegafstand 400 mm en voor de B25 proefstukken is deze afstand 200 mm. Dit is voor beide proefstukken zodanig uitgevoerd om de resultaten van de proeven met elkaar te kunnen vergelijken. De diameters van de drukrol en de oplegrollen zijn voor alle proefstukken gelijk gehouden ($\varnothing 25$ mm). De diameters zijn voldoende groot om de indrukking zo-veel mogelijk te beperken.

De belastingsverplaatsing Δ is bepaald met behulp van een bladveer. De opleg-punten A en B van de bladveer bevinden zich exact boven de oplegrollen, dus $S (= 4W)$ uit elkaar. Tevens is de COD bepaald met behulp van de COD opne-mer. De COD opnemer is geplaatst aan de clipmesjes, die zijn bevestigd in de insparingen C en D. Het verplaatsingssignaal en het COD signaal zijn gemeten als functie van de belasting P .

Met een kijker (vergroting 10x), opgesteld aan de andere zijde van het proef-stuk, is tijdens de proef aan de ene kant de scheurtip gevolgd om het verloop van de blunting van de scheurtip tijdens de proef vast te kunnen stellen. Omdat de scheurtip zich met de traverse naar beneden verplaatst is de kijker aan de traverse bevestigd. De kijker is ingesteld op een vergroting van 10x.

Met behulp van een videocamera, die is opgesteld aan de voorzijde van het proefstuk, is het verloop van de blunting tijdens de proef vastgelegd. Door gebruik te maken van lampen, die zijn geplaatst vóór en achter het proefstuk, is geprobeerd een zo duidelijk mogelijk beeld van de scheurtip op te nemen.

4.2.2. Het belasten van de proefstukken

De multiple specimen proeven zijn uitgevoerd bij kamertemperatuur (≈ 23 °C). De belastingssnelheid is voor de J -proeven 1mm/min zoals is vastgesteld door Hale [1].

Uit de proeven is gebleken dat deze belastingssnelheid geen instabiele scheurgroei tot gevolg heeft. Het P- Δ diagram vertoont een continu stijgend verloop.

Door een geschikte keuze van de belastingssnelheid wordt getracht de snelheid waarmee de scheurtipopening δ_t toeneemt voor beide series proefstukken gelijk te houden: $\frac{d\delta_t}{dt}$ gelijk. Als dit geldt dan zal volgens vergelijking 2.10. ook $\frac{dJ}{dt}$ gelijk zijn voor beide soorten proefstukken.

Voor de bepaling van de belastingssnelheid voor de B25 proefstukken geldt het volgende (figuur 4.7.):

$$\sin \beta = \frac{1}{2} \frac{V_g}{(a - z + 0.4(W-a))} \quad (4.1.)$$

waarbij het draaipunt r op $0.4(W-a)$ ligt.

Ook geldt:

$$\sin \beta \approx \frac{\Delta}{2W} \quad (4.2.)$$

Nu volgt na omrekening uit vergelijkingen 4.1. en 4.2.:

$$\delta_t = 0.4 \left(1 - \frac{a}{W}\right) \Delta \quad (4.3.)$$

dus $\frac{d\delta_t}{dt} = \frac{d\Delta}{dt} = \frac{dJ}{dt}$, mits de $\frac{a}{W}$ -waarde voor de beide series proefstukken gelijk wordt gehouden en ook geldt dat $S = 4W$.

Door nu de verplaatsingssnelheid voor de B50 en B25 proefstukken gelijk te nemen wordt bereikt dat $\frac{d\delta_t}{dt}$ (en dus ook $\frac{dJ}{dt}$) voor de beide proefstukafmetingen gelijk zijn.

Bij het uitvoeren van de eerste proef (1B50) is de belasting tot een hoge waarde opgevoerd. Na het doorbreken van het proefstuk, wat in de volgende paragraaf besproken wordt, zijn de niet gecorrigeerde J-waarde bepaald en de scheuruitbreiding bepaald. Aan de hand van dit resultaat zijn de overige proefstukken meer of minder ver belast, corresponderend met grotere of kleinere J- en Δa -waarden.

De series voorvermoeide proefstukken van B50 en B25 zijn belast tot verschillende verplaatsingen Δ en de daarbij behorende scheuruitbreidingen Δa , die ontstaan tijdens de proef, zijn bepaald. Dit is een zodanige volgorde uitgevoerd dat er in het J- Δa diagram minstens drie datapunten in het eerste deel ($\Delta a = 0$ tot $\Delta a = 1/4 \Delta a_{\max}$) vallen en in elk daaropvolgend (even groot) deel van het diagram minstens één datapunt valt. Dit wordt als eis gesteld door Hale [1] voor een geldige bepaling van de R-kromme.

Enkele P - Δ diagrammen zijn in figuur 4.8. weergegeven. Het blijkt dat er vrijwel geen lineair verband bestaat tussen de belasting P en de belastingsverplaatsing Δ . Afhankelijk van de lengte van de voorvermoedingsscheur lopen de krommen steiler of minder steil.

Tijdens de proef verschuiven de oplegrollen elk ongeveer 1 mm. naar buiten.

De maximale belasting $P_{\max}$ van het eerste belaste proefstuk (1B50) is vrij groot gekozen (een relatief grote verplaatsing Δ) om een indruk te verkrijgen van de scheuruitbreiding Δa .

Bij het bereiken van de maximale belasting is er bij het eerste proefstuk fluorescerende penetrantvloeistof in de scheur gespoten. Direct na het inspuiten wordt het proefstuk ontlast. Een rode penetrantvloeistof, die is gebruikt bij vrijwel alle overige proefstukken, blijkt onder de lichtmicroscop een sterker contrast te geven dan de fluorescerende penetrant (bij proefstuk 1B50 toegepast), waardoor de scheuruitbreiding Δa nauwkeuriger te bepalen is.

In de volgende paragraaf bij de meting van de scheuruitbreiding wordt hierop uitvoeriger ingegaan.

4.3. HET BEPALEN VAN DE SCHEURUITBREIDING Δa

Het bepalen van de hoeveelheid scheuruitbreiding Δa is zeer belangrijk. Er worden twee verschillende methoden beschreven waarmee de scheuruitbreiding kan worden bepaald.

Allereerst wordt de bepaling van Δa vanaf het breukoppervlak besproken. Hierbij wordt ingegaan op de toegepaste procedures en de resultaten die hiermee zijn behaald. Daarna wordt de key curve methode behandeld. De key curve methode tracht het moment van scheurinitiatie en de hoeveelheid scheurgroei te bepalen met behulp van één enkel proefstuk: het key hole proefstuk. Aanluitend worden resultaten die met de key curve methode zijn gevonden toegevoegd.

4.3.1. Δa bepaling vanaf het breukoppervlak

De scheuruitbreiding Δa wordt bepaald door de afstand tussen de grenzen tussen de voorvermoeding-scheuruitbreiding, aangegeven met a_w , en scheuruitbreiding-restbreuk (a_{rb}) op te meten. Het meten van de scheuruitbreiding op het breukvlak van polyetheen is uitgevoerd met behulp van een (licht)meetmicroscop (vergroting 10x). Het bepalen van de breukgrenzen blijkt bij een eerste onderzoek niet eenvoudig te zijn. Door de verstrooiing van het licht kunnen de breukgrenzen a_w en a_{rb} op het witte breukvlak nauwelijks waargenomen worden. Om deze grenzen onder de meetmicroscop zichtbaar te maken wordt er tijdens de proef, op het moment dat de belasting maximaal is, penetrantvloeistof in de scheur gespoten. Bij het eerste proefstuk (1B50) is er gekozen voor een fluorescerende penetrant. Na de ontlasting is het proefstuk in vloeibare stikstof gedompeld en het wordt hier 15 minuten in gehouden. Vervolgens wordt het proefstuk weer op de oplegrollen geplaatst en doorgebroken met een snelheid van 50 mm/min. Het proefstuk blijkt voldoende sterk te zijn afgekoeld, want het breukoppervlak vertoont een duidelijke brosse breuk. De in het begin genoemde overgangen zijn op de koude proefstukken met het blote oog als duidelijke afteekeningen op het breukvlak waargenomen.

Tijdens de opwarming van de proefstukdelen treedt er sterke condensvorming op die tot gevolg heeft dat de penetrant over het breukoppervlak uitvloeit. Hierdoor zijn de grenzen a_w en a_{rb} vervaagd. Door de aanwezigheid van de penetrantvloeistof zijn de grenzen onder de meetmicroscop toch redelijk goed vast te stellen. Uit vergelijkingen is gebleken dat bij gebruik van rode penetrantvloeistof de grenzen duidelijker zijn vast te stellen in vergelijking met de fluorescerende penetrantvloeistof.

Aangenomen wordt dat de twee grenzen bepalend zijn voor de grootte van de scheuruitbreiding Δa die tijdens de proef is opgetreden: $a_{rb} - a_w$. Voorts is er in dit scheuruitbreidingsgebied bij de tamelijk ver belaste proefstukken een extra band te zien aan de kant van de voorvermoeding. De breedte van deze band is circa 10% van de scheuruitbreiding. Met de gebruikte vergroting van de meetmicroscop is niet vast te stellen welke structuur deze band bezit.

Het B25 proefstuk wordt circa 7 minuten in de vloeibare stikstof gehouden. Er wordt verondersteld dat deze tijd lang genoeg is om het proefstuk voldoende af te koelen.

In de literatuur [1] en [5] worden verschillende methoden aangegeven voor het openbreken van het belaste proefstuk. Bij de genoemde methoden is niet aangegeven welke resultaten hiermee zijn verkregen.

Door op verschillende manieren de restbreuk uit te voeren is getracht de optimale methode te vinden waarmee de scheuruitbreiding Δa het meest nauwkeurig kan worden vastgesteld. Enkele van de aangegeven methoden zijn onderzocht.

In tabel 3.2. is aangegeven welk restbreukproces op welke al belaste proefstukken is uitgevoerd.

Tabel 3.2. Overzicht van restbreukprocessen

proefstuk	restbreukproces
1B50, 3B50, 7B50, 9B50, 10B50	afgekoeld in vloeibare stikstof gedurende 15 minuten en daarna doorgebroken met een verplaatsingssnelheid van 50 mm/min.
2B50, 4B50	proefstuk eerst 15 minuten in vloeibare stikstof gekoeld en vervolgens navermoeid ($R=0.1$, $f=5\text{Hz}$) gedurende 16 uur. Daarna 15 minuten gekoeld in vloeibare stikstof en versneld doorgebroken (50 mm/min).
5B50	bij kamertemperatuur 20 minuten navermoeid ($R=0.1$, $f=5\text{ Hz}$). Daarna 15 minuten gekoeld in stikstof en versneld doorgebroken (50 mm/min).

De B25 proefstukken zijn alle afgekoeld in vloeibare stikstof (tijd 7 minuten) en met een snelheid van 50 mm/min doorgebroken.

In dit overzicht ontbreekt één proefstuk. Het proefstuk (6B50) is namelijk in de lengte doorgezaagd. In lit 1. staat namelijk aangegeven dat de resultaten van de meting van de scheuruitbreiding vanaf het breukoppervlak vergeleken dienen te worden met de scheuruitbreidingsbepaling vanaf het zijoppervlak na deling van het proefstuk. Vanaf het zijoppervlak is geprobeerd de scheuruitbreiding Δa te bepalen. Dit is niet gelukt omdat onder de lichtmicroscop het verschil tussen de voorvermoeiingsscheur en de scheuruitbreiding Δa niet vast te stellen is.

De scheurflanken van zowel de voorvermoeiingsscheur als van de scheuruitbreiding vertonen een grillig verloop en gaan op een niet vast te stellen plaats in elkaar over.

Beide delen zijn na dit onderzoek afgekoeld in vloeibare stikstof en versneld opengesproken. Van de afgezaagde breukvlakken is onder de meetmicroscop de scheuruitbreiding Δa bepaald.

Uit het onderzoek dat aan de breukvlakken 2B50, 4B50 en 5B50 is uitgevoerd is gebleken dat de scheuruitbreiding het eenvoudigst te bepalen is wanneer het proefstuk koud is doorgebroken. De proefstukken die na 6B50 zijn belast zijn uiteindelijk koud doorgebroken. De overgangen voor de bepaling van de scheuruitbreiding vormen in het laatst genoemde restbreukproces duidelijk afgetekende grenzen.

Tot nu toe is nog niet gesproken over de exacte bepaling van de scheuruitbreiding. De scheuruitbreiding die tijdens de J-proef is opgetreden blijkt niet eenvoudig bepaald te kunnen worden. Bij nader onderzoek onder de meetmicroscop is vastgesteld dat de overgang voorvermoeiing-scheuruitbreiding (a_{vv}) en de overgang scheuruitbreiding-restbreuk niet gescheiden zijn door scherpe banden (zoals dit eerder was verondersteld met het blote oog), maar dat het verloop van deze grenzen nogal grillig blijkt te zijn onder de meetmicroscop.

Uit eerste onderzoeken aan de breukvlakken is gebleken dat de scheurlengten op plaatsen die dicht bij elkaar liggen wel enkele tienden van millimeters kunnen verschillen. Dit verschil is vooral bij de overgang voorvermoeiingsscheuruitbreiding (a_{rb}) nogal wisselend.

Omdat directe toepassing van de negenpuntsmethode voor de bepaling van de scheuruitbreiding Δa onnauwkeurigheden op kan leveren is de scheuruitbreiding met behulp van de meetmicroscop op de volgende wijze bepaald:

Van een B50 proefstuk is de scheuruitbreiding Δa bepaald door in stappen van 1 mm in de breedterichting van het breukvlak de grootte van het begin- en eindligament (respectievelijk $W-a_{vv}$ en $W-a_{rb}$) van elk corresponderend punt te bepalen. Voor de B25 proefstukken is als stapgrootte 0.5 mm genomen. Aangenomen is dat de verkregen meetpunten voldoende nauwkeurig zijn voor de scheuruitbreidingsbepaling. Door de beide series meetwaarden is een vierdegraads polynoom gefit. Op deze polynomen is de negenpuntsmethode [1] toegepast (zie figuur 4.9.):

$$\Delta a = \frac{1}{8} \left[\frac{[\Delta a_1 + \Delta a_9]}{2} + \sum (\Delta a_2 \dots \Delta a_8) \right] \quad (4.3.)$$

Hieruit is de scheuruitbreiding Δa (negenpunts) en uit de metingen is ook het (begin)ligament b (negenpunts) van het proefstuk bepaald. In figuur 4.10. is een voorbeeld van de scheuruitbreidingsbepaling van een proefstuk gegeven.

Het blijkt uit de metingen dat de afwijkingen van de polynoom niet erg groot zijn en dat deze methode toegepast mag worden voor de bepaling van Δa .

De gemeten waarde van de scheuruitbreiding Δa is geverifieerd met behulp van microscopische opnamen. In eerste instantie is breukvlakonderzoek uitgevoerd met de lichtmicroscop (donkerveld opnamen, 200x). Door de aanzienlijke hoogteverschillen op het breukoppervlak is onderzoek met de lichtmicroscop niet bij uitstek geschikt, omdat de benodigde scherptediepte niet kan worden gehaald. Desondanks zijn er met behulp van de lichtmicroscop enkele bruikbare opnamen van het breukoppervlak gemaakt.

Vervolgens zijn er met de scanning electronen microscop (SEM) opnamen gemaakt van enkele breukvlakken. Voordeel van de SEM is dat de scherptediepte bij sterke vergrotingen behouden blijft. Deze opnamen worden in § 6.2. besproken alsmede de breukmechanismen.

4.3.2. De key curve methode

Met de key curve methode wordt geprobeerd de R-kromme van een sterk gescheurd proefstuk te bepalen door gebruik te maken van een P- Δ diagram van een proefstuk met constante scheurlengte: het key hole proefstuk. De scheurlengte a en de scheurgroei Δa kunnen op elk punt van het P- Δ diagram bepaald worden. En ook de J-waarde kan met deze methode bepaald worden.

In appendix B is een korte theoretische beschouwing van de key curve methode opgenomen.

Er is onderzoek verricht naar de toepasbaarheid van deze methode op de gescheurde proefstukken.

Van zowel de B50 als de B25 proefstukken is één key hole proefstuk gefabriceerd. Deze proefstukken zijn belast tot relatief grote verplaatsingen Δ . Tijdens de proef zijn belasting P , de belastingsverplaatsing Δ en de COD van het proefstuk opgenomen.

In figuur 4.11. en 4.12. zijn de P- Δ diagrammen van respectievelijk het B50 en het B25 key hole proefstuk weergegeven. Er wordt vanuit gegaan dat er geen scheuruitbreiding is opgetreden gedurende de proef, dus dat de scheurlengte a constant is gebleven. Dit is ook geconstateerd tijdens de proefuitvoering. De opgenomen P- Δ data wordt vervolgens omgezet naar H-(Δ/W) data (zie appendix B: formule B.5.) en van deze H-functie wordt de afgeleide H' (formule B.8.) bepaald. Het scheuruitbreidingsstapje da , dat optreedt bij een belastingsverplaatsingsstapje van $d\Delta$, kan bepaald worden met behulp van formule B.6. Door de stapjes da te sommeren wordt de totale scheuruitbreiding Δa gevonden.

De J-waarde kan berekend worden met behulp van vergelijking B.9. Zo wordt een J- Δa punt met behulp van het key hole proefstuk verkregen.

Bij de dataverwerking is de opgenomen P- Δ data omgezet naar de H-(Δ/W) data volgens appendix B. Er is bij het nulpunt gecorrigeerd voor de opgetreden aanloopeffecten. Van de gecorrigeerde H(Δ/W) functie is een vierdegraads polynoom bepaald.

Met behulp van deze vierdegraads polynoom blijkt de $\frac{H'}{H}$ functie voldoende nauwkeurig te zijn. Van de gecorrigeerde P- Δ data is het deel $\frac{W}{P} \left(\frac{dP}{d\Delta} \right)$ bepaald. De grootte van de stapjes da is voor kleine Δ/W negatief, maar da wordt naar mate Δ/W toeneemt groter. Verwacht wordt dat de term $\frac{b}{\eta W} \left(\frac{H'}{H} - \frac{W}{P} \frac{dP}{d\Delta} \right)$ uitgezet tegen da een kromme oplevert die nadert tot een horizontale asymptoot.

In de figuren 4.13. tot en met 4.16. zijn een aantal key curven getekend van zowel de gescheurde als de niet gescheurde (key hole) proefstukken. Tegen elkaar zijn uitgezet $H \left(= \frac{PW}{Bb^2} \right)$ en $\frac{\Delta}{W}$.

Deze figuren zijn bepaald vanuit de oorspronkelijk opgenomen data. Uit de figuren blijkt dat er grote verschillen bestaan in hellingen van de P- Δ krommen. Deze hellingen zijn erg belangrijk bij het bepalen van de uiteindelijke scheuruitbreiding Δ_a .

In de figuren 4.17. en 4.18., waarin da is uitgezet tegen Δ , zou Δ_a bepaald kunnen worden, maar het is te zien dat dit geen reële waarden voor Δ_a oplevert.

De verschillen in hellingen zoals die zijn waargenomen in de figuren 4.13. tot en met 4.16. kunnen voortkomen uit de verschillen in belastingsgeschiedenis (ten gevolge van de voorvermoeiingsbelasting) van de proefstukken. De restspanningen rond de scheurtip kunnen ook een grote invloed hebben op het breukgedrag, omdat een klein verschil in de P- Δ kromme, vooral bij kleine verplaatsingen Δ , een grote invloed heeft op de helling $\frac{dP}{d\Delta}$ en daardoor zal de Δ_a -waarde sterk gaan afwijken.

De restspanningen in het materiaal zijn ook een functie van de relaxatietijd van de proefstukken. De proefstukken hebben niet allen een gelijke relaxatietijd gehad. Wel is de relaxatietijd minimaal 3 x 24 uur geweest, zoals dat is aangegeven in het protocol [1].

De verschillen kunnen ook toegeschreven worden aan lokale effecten rond de scheurtip als gevolg van de voorvermoeiing.

Uit de resultaten mag geconcludeerd worden dat met de beproefde proefstukken de scheuruitbreiding Δ_a en dus de R-kromme met de key curve methode niet te bepalen zijn. Dit wil nog niet zeggen dat de key curve methode in zijn geheel niet toepasbaar is op kunststoffen. De belastingsgeschiedenis kan een grote invloed op de bepaling hebben gehad. Het is mogelijk dat de scheuruitbreiding van proefstukken die goed gecontroleerd gekerfd zijn (bijvoorbeeld door het langzaam induwen van een mesje) wel met behulp van de key curve methode bepaald kan worden.

Kunststoffen hebben ten opzichte van vele metalen als voordeel dat de kracht P een continu stijgende functie is van de verplaatsing Δ . Een duidelijk vloeigebied of een opvallende discontinuïteit in het P- Δ diagram wordt niet gevonden. Het verdient dan ook de aanbeveling de toepasbaarheid van de key curve methode op kunststoffen nader te onderzoeken.

Als blijkt dat de key curve methode de scheuruitbreiding Δa toch goed kan beschrijven, dan is deze methode een zeer bruikbaar hulpmiddel bij de bepaling van de breuktaaiheid.

5. De resultaten en bespreking van de J-proeven

In dit hoofdstuk worden de resultaten van de J-proeven besproken. Deze bespreking valt uiteen in drie delen.

Allereerst wordt behandeld hoe de J-waarden zijn bepaald en hoe de weerstandskrommen tot stand zijn gekomen. Hieruit wordt de kritische J-waarde ($J_{0.2}$ volgens lit.1.) bepaald voor de B50 en de B25 proefstukken. Daarna komen de resultaten die het verband tussen J en δ_t aangeven aan de orde. Tenslotte worden het size-effekt, de $J_{0.2}$ -waarden en het J- δ_t verband besproken.

5.1. BESPREKING VAN DE KRITISCHE J-WAARDE ($J_{0.2}$)

In hoofdstuk 2 is aangegeven dat er een scheurgroecorrectie op de J-waarde moet worden toegepast. Bij de verwerking van de data zijn er nog twee correcties die moeten worden uitgevoerd, namelijk de aanloopcorrectie en de indrukkingscorrectie.

Bij het uitvoeren van de proef blijkt dat het begin van het P- Δ diagram een opmerkelijke kromming vertoont. In figuur 5.1. is hiervan een voorbeeld gegeven. Dit effect wordt het aanloopeffect genoemd en wordt veroorzaakt door de aanloopeffecten van de traverse en/of een kleine afwijking in het signaal van de bladveer.

Bij het uitwerken van de P- Δ data is voor deze aanloopeffecten gecorrigeerd.

Door de datapunten, die wel de juiste kromme vormen, is een polynoom getrokken en deze is geëxtrapoleerd naar de Δ -as. Zodoende zijn de aanloopeffecten geëlimineerd.

Vervolgens is het oppervlak U_Q onder het aangepaste P- Δ diagram bepaald.

Tijdens de uitvoering van de proef is een deel van de energie U_Q gebruikt voor de vervorming van het proefstuk ter plaatse van de drukrol en de oplegrollen. De energie U_Q moet nog verminderd worden met de indrukenergie U_C . Met behulp van een lineaire regressie, verkregen met een ongescheurd proefstuk, is de indrukenergie U_C bepaald. In figuur 5.2. [1] is aangegeven hoe de correcties zijn uitgevoerd.

De vergelijkingen van deze regressies zijn:

$$\text{B25 proefstuk:} \quad P = 9577.7 \cdot \Delta \quad (5.1.)$$

$$\text{B50 proefstuk:} \quad P = 10000.1 \cdot \Delta \quad (5.2.)$$

Het verschil tussen U_Q en U_C met het ligament b ingevuld in vergelijking 2.4. levert de J-waarde op.

Tenslotte zijn deze J-waarden met behulp van vergelijking 2.5. gecorrigeerd voor de opgetreden scheurgroei Δa .

Deze geheel gecorrigeerde J-waarden, samen met de waarden voor de scheuruitbreiding Δa , vormen de basis voor de twee weerstandskrommen: één voor de B50 proefstukken en één voor de B25 proefstukken. Volgens het protocol [1] levert het snijpunt van de lijn met 0.2 mm scheurgroei met de R-kromme de kritische J-waarde op: $J_{0.2}$.

De waarden van $P_{\max}$, $\Delta_{\max}$, $\Delta COD_{\max}$, b , U_Q , U_C , J en Δa voor de B50 en B25 proefstukken zijn in de tabellen 5.1. en 5.2. (bijlage) gegeven.

De resultaten van de B50 proefstukken zijn alle al gecorrigeerd voor aanloopeffecten, rolindrukking en scheurgroei.

De gecorrigeerde waarden voor $\Delta_{\max}$, $\Delta COD_{\max}$, en J van de B25 proefstukken zijn in de tabel aangegeven.

In figuur 5.3. zijn de gevonden J - Δa punten gegeven die de R -krommen vormen voor de verschillende proefstukken. Volgens Hale [1] moet voor kunststoffen een power law kromme door de J - Δa punten getrokken worden. Dit wordt ook in de ASTM E813-87 norm [9] aangegeven. Voor materialen die geen of slechts een zwak verstevigingsgedrag vertonen is de helling van de blunting lijn minder steil. Om een goede beschrijving van de R -kromme te verkrijgen wordt om deze reden gebruik gemaakt van de power law kromme.

De vergelijkingen van de getrokken power law krommen (figuur 5.3.) zijn:

$$J = 8.81312 (\Delta a)^{0.23985} \quad \text{voor de B50 proefstukken} \quad (5.3.)$$

$$J = 5.44083 (\Delta a)^{0.25234} \quad \text{voor de B25 proefstukken} \quad (5.4.)$$

Voor de R -kromme van de B50 proefstukken zijn de datapunten van het 1B50 en het 9B50 proefstuk niet bij de fitting betrokken. Bij de R -kromme voor het B25 proefstuk is het 2B25 datapunt weggelaten. Deze punten zorgen bij de fitting van de power law kromme voor een te sterke afwijking.

Wanneer bij 0.2 mm een lijn evenwijdig aan de J -as getrokken wordt, zijn de bijbehorende $J_{0.2}$ -waarden:

$$J_{0.2} = 5.99 \text{ N/mm} \quad \text{voor de B50 proefstukken} \quad (5.5.)$$

$$J_{0.2} = 3.63 \text{ N/mm} \quad \text{voor de B25 proefstukken} \quad (5.6.)$$

Als de blunting lijn $J = 2 \sigma_y \Delta a$ in figuur 5.3. getekend wordt, liggen de snijpunten met de power law krommen bij 4.92 N/mm (B50) en 2.48 N/mm (B25).

5.2. HET VERBAND TUSSEN J EN δ_t

Tijdens de proef is met behulp van een kijker en een videocamera het beeld van de scheurtip opgenomen (§ 4.2.1.) Uit alle waarnemingen is gebleken dat de scheurtip bij aanvang van de proef scherp is. De verandering van de vorm van de scheurtip tijdens de gehele proef is in figuur 5.4. weergegeven.

Bij het opvoeren van de belasting neemt de blunting van de scheurtip toe. De scheurtip gaat eerst (dit is bij de B50 proefstukken tot $\pm 1500\text{N}$) rond staan. De scheurtipradius neemt daarbij geleidelijk toe.

Het valt op dat al tijdens deze fase voor de scheurtip een sterk plastisch vervormd gebied ontstaat waarvan verondersteld wordt dat hierin zich de microholtes (en later macroholtes) afgewisseld met fibrillen vormen. Deze zone is duidelijk herkenbaar vanwege de witte kleur. Dit wordt om die reden de stress whitening zone genoemd [5].

Vanaf circa 1700 N (voor de B50 proefstukken) wordt er een afplatting van de scheurtip waargenomen. Deze vorm van de scheurtip lijkt op een ellips. De scheurtip wordt tijdens de proef steeds sterker afgeplat. De stress whitening zone wordt breder en langer (figuur 5.4.).

De scheurtipopening δ_t (vanaf de zijkant gezien) van proefstuk 9B25 ($F_{\max} = 2900$ N) wordt geschat op ± 2 mm.

Er wordt vanaf de zijkant geen duidelijke scheuruitbreiding waargenomen. Wel is er bij de hoog belaste proefstukken waargenomen dat er in de sterk gerekte zone holtes met fibrillen zijn ontstaan.

In § 2.3. is kort het verband tussen J en δ_t besproken. Omdat met de COD-opnemer de scheuropening is bepaald, kan de J -waarde in verband worden gebracht met de scheurtipopening δ_t .

In de figuren 5.5. en 5.6. zijn de resultaten van de scheurtipopening weergegeven. De waarde van $\frac{J}{\sigma_y}$ met $\sigma_y = 28 \text{ N/mm}^2$ is uitgezet tegen de plastische component van δ_t : $\delta_{t;pl}$. Dit is gedaan voor respectievelijk de B25 en de B50 proefstukken.

Voor de B25 proefstukken is er geen vaste waarde voor m vast te stellen. De $\delta_{t;pl}$ waarden liggen daarvoor te ver uiteen. Uit de data is niet bekend waarom er zoveel spreiding in $\delta_{t;pl}$ -waarden is opgetreden.

Een voorbeeld (zie ook tabel 5.2. in de bijlage):

Uit de B25 data blijkt dat de COD waarden voor het proefstuk 4B25 ($F_{\max} \approx 570$ N; $J \approx 3.2 \text{ N/mm}$) en 6B25 ($F_{\max} \approx 582$ N; $J = 3.2 \text{ N/mm}$) redelijk goed overeenkomen (de waarden zijn respectievelijk: $\delta_{t;pl} \approx 0.029$ mm en $\delta_{t;pl} \approx 0.027$ mm), maar het proefstuk 10B25 ($F_{\max} \approx 720$ N; $J = 3.9 \text{ N/mm}$) wijkt daarvan sterk af (zie: $\delta_{t;pl} \approx 0.022$ mm).

Voor de B50 proefstukken wordt wel een verband gevonden, hoewel de spreiding hier aanzienlijk is. In figuur 5.6. is voor de B50 proefstukken J/σ_y uitgezet tegen $\delta_{t;pl}$.

De helling van de rechte met de +25% en -25% afwijkingslijn is $m \approx 0.8996$:

$$J = 0.8996 \sigma_y \delta_{t;pl} \quad (5.7.)$$

Nu is gevonden dat voor de B50 proefstukken de $J_{0.2}$ gelijk is aan 5.99 N/mm . Ingevuld in vgl. 4.6. levert dit een kritische waarde voor de scheurtipopening op van $\delta_{t;pl;cr} = 0.238$ mm.

5.3. DISCUSSIE VAN DE RESULTATEN

Bij het bepalen van een R-kromme treedt meestal enige spreiding op. Dit is vaak het gevolg van kleine fouten in de Δa -bepaling.

Er treedt in de gevonden datapunten (figuur 5.3.) nogal wat spreiding op.

Het volgende kan hiervoor een verklaring zijn:

Uit de vermoeiingsproeven is gebleken dat de damage zone vrij groot is. Deze bedraagt maximaal circa 0.5 mm. Het kan dus zijn dat de damage zone invloed heeft op de Δa -bepaling. Het is aan de buitenkant niet vast te stellen op welk moment in de vermoeiingsscheurgroef fase de voorvermoeiing gestopt is. Zo kan een proef stoppen wanneer een craze juist doorgescheurd is, of juist net niet. Dit is afhankelijk van de fase van de voorvermoeiing. Bij de bespreking van de SEM opnamen (§ 6.2.) komt dit nog aan de orde.

Er kan opgemerkt worden dat de bepaling van Δa gevoeliger is voor fouten dan de bepaling van J. De fouten gemaakt bij de bepaling van de J-waarde zijn relatief gezien niet zo groot. Een fout bij de bepaling van Δa daarentegen wel. In de literatuur wordt er dikwijls discussie gevoerd over wat nu precies als scheuruitbreiding wordt aangemerkt [5]. Bij de bepaling van de scheuruitbreiding wordt in vele gevallen niet het gehele crazegebied genomen, maar het gebied waar tijdens het belasten de fibrillen zijn doorgebroken.

De overgang voorvermoeiing-scheuruitbreiding blijkt bij onderzoek met de meetmicroscopie verschillend te zijn tussen de proefstukken. Er wordt onder de meetmicroscopie in enkele gevallen een duidelijk verschil geconstateerd tussen de scheuruitbreiding en de restbreuk (vooral in het midden), maar meer bij de zijgroef van het proefstuk is deze overgang op sommige plaatsen niet meer te ontdekken op het breukvlak. Dit bemoeilijkt de bepaling van de scheuruitbreiding. Wel blijkt dat de scheuruitbreidingsbepaling met behulp van een polynoom voldoende nauwkeurig is.

In de literatuur [5] wordt aangegeven dat volgens Williams de $J_{0.2}$ -waarde voor HDPE ligt tussen 3 en 7.5 N/mm. De gevonden waarden 5.99 en 3.63 N/mm voor respectievelijk de B50 en de B25 proefstukken liggen in dit gebied. De orde van grootte van de $J_{0.2}$ -waarde klopt met wat in de literatuur wordt gevonden. Opmerkelijk is dat de $J_{0.2}$ -waarde van B25 proefstukken lager ligt dan de $J_{0.2}$ -waarde voor B50 proefstukken. Verwacht wordt dat de grootte van de $J_{0.2}$ -waarden juist omgekeerd moet zijn vanwege het verschil in spanningstoestand (plane stress/plane strain). Uit enkele onderzoeken is naar voren gekomen dat het vaker voorkomt dat kleinere proefstukken aanleiding geven tot een lagere $J_{0.2}$ -waarde. Uit andere proefresultaten wordt geconcludeerd dat de $J_{0.2}$ -waarde onafhankelijk is van de proefstukafmetingen [5]. Hierbij worden de $dJ/d(\Delta a)$ -waarden bij 0.2 mm scheurgroei (de afgeleiden van de R-kromme) met elkaar vergeleken. Deze helling blijkt wel proefstukafhankelijk te zijn.

De waarden $dJ_{0.2}/d(\Delta a)$ zijn voor de B50 en de B25 proefstukken respectievelijk 0.622 en 0.412 N/mm². In appendix C, waar een checklist is gegeven volgens Hale [1], zijn deze waarden terug te vinden.

Samengevat blijkt dat uit de R-krommen van de B50 en B25 proefstukken volgt dat bij kleinere proefstukafmetingen de $J_{0.2}$ -waarde en de $dJ_{0.2}/d(\Delta a)$ -waarde afnemen.

Als eis voor de afmetingen voor een geldige J-proef onder plane strain condities wordt gebruik gemaakt van:

$$B, (W-a_0) = 25 \frac{J}{\sigma_y} \quad (5.8.)$$

Dit is een empirische vergelijking die gebaseerd is op proeven uitgevoerd aan metalen.

Als de gevonden J-waarden ingevuld worden in de vergelijkingen 5.8. zijn de afmetingen voor de breedte B respectievelijk 5.35 (B50) en 3.24 (B25) mm. Deze waarden voor B lijken zeer onwaarschijnlijk te zijn. Toch zijn er onderzoekers die er vanuit gaan dat de gestelde eis 5.8. voldoet. Zo zijn de proeven van Jones en Walter [10] uitgevoerd met proefstukken die, vóór het aanbrengen van de zijgroeven, slechts 5 mm dik waren.

Wordt nu vergelijking 5.8. omgezet in termen van $\delta_{t;pl}$, dan volgt:

$$B, (W-a_0) = 19.09 \delta_{t;pl} \quad (5.9.)$$

6. Het onderzoek naar het breukgedrag

6.1. CRAZING

Alvorens in te gaan op de bespreking van de SEM opnamen worden enkele kenmerken van crazes besproken. Crazes zijn van groot belang bij de beschrijving van het breukgedrag van kunststoffen. Ze ontstaan in een vlak dat loodrecht ligt op de richting van de maximale spanning. Enige kennis over het ontstaan van crazes vergemakkelijkt de discussie over het breukgedrag en het breukmechanisme van HDPE.

In het geval van afwezigheid van een scheur in een laag belaste kunststof zullen na lange tijd door het gehele materiaal vele kleine crazes ontstaan. Een craze is een lokaal sterk plastisch vervormd gebied dat bestaat uit afwisselend fibrillen en holten (figuur 6.1.). Kenmerkend van een craze is dat de fibrillen in een craze in staat zijn krachten op te nemen. De crazes in het materiaal vormen tezamen de initiatiepunten van vele scheurtjes. Als de crazes uitgroeien tot scheurtjes zal tenslotte breuk optreden doordat de scheurtjes zich met elkaar gaan verbinden. Dit leidt tot een brosse breuk van de kunststof.

In het geval van een scherpe scheur in een kunststof is een craze er de oorzaak van dat de scheur zich uit gaat breiden. Voor de scheurtip vormt zich een craze die na het opvoeren van de belasting zal gaan groeien. Als de craze-afmetingen een maximale waarde bereiken, breken de fibrillen aan de basis van de craze door.

Crazing is geen constant volume proces, dit in tegenstelling tot afschuiving. Er wordt om deze reden verondersteld dat crazes worden gevormd als gevolg van een deviatorische spanningscomponent.

In het volgende wordt uitgegaan van een scheur in de kunststof die onder invloed van een belasting wil gaan uitbreiden. Er kunnen twee typen crazing worden onderscheiden: single crazing en multiple crazing.

Single crazing wordt gekenmerkt door een zeer lokale plastische vervorming. Macroscopisch vertoont het breukvlak kenmerken van brosse breuk.

Breuk treedt pas op na lange tijden en onder een relatief lage spanning.

Multiple crazing leidt macroscopisch gezien tot een taai breukgedrag. Er ontstaan bij multiple crazing veel crazes rond de scheurtip. Breuk ontstaat na korte tijden en onder invloed van hogere spanningen.

Bij de initiatie en de propagatie van een scheur wordt er onderscheid gemaakt tussen twee mechanismen die de toeneming van de crazedikte bevorderen:

1. door nieuw materiaal uit de bulk te trekken naar het grensvlak fibril-bulk
2. door kruip in de bestaande fibrillen, die daardoor verder gerekt worden

Reynolds [13] heeft belangrijk onderzoek gedaan naar het scheurgroeimechanisme in HDPE. De resultaten van dit onderzoek zijn van groot belang bij het bestuderen van de breukmechanismen.

Reynolds heeft een in vloeibare stikstof opengebroken craze onderzocht. Hij geeft aan dat de craze geen extra scheuruitbreiding te zien geeft op het breukoppervlak.

Hij splitst een craze op in drie (of soms zelfs vier) gebieden waarin de breukmechanismen van elkaar verschillen. De gebieden gaan langzamerhand in elkaar over (figuur 6.1.).

Kinloch en Young [12] constateren dezelfde hieronder genoemde kenmerken van het crazeproces. Voor een beter begrip van de zo dadelijk te bespreken SEM opnamen worden de kenmerken hieronder besproken.

Allereerst wordt het crazegebied opgesplitst in drie zones.

Zone 1 (basis van de craze):

In zone 1 bevinden zich de sterk gerekte fibrillen. De spanning in dit gebied is hoog. De plastische deformatie wordt hier niet gehinderd, omdat de triaxiale component van de spanning relatief laag is. Er ontstaat hierdoor een sterke oriëntatie van het materiaal in de fibrillen. In deze fibrillen treedt het mechanisme kruip op.

In het gebied naar de scheurtip toe is de oriëntatie van het materiaal in de fibrillen geringer. De mate van constraint neemt toe.

In zone 1 vindt er geen constant volume proces plaats.

zone 2:

De triaxiale component van de spanning is in zone 2 hoger dan in zone 1. De verhoogde plastic constraint en ook de kleinere afstand tot de crazetip zorgen voor een geringere oriëntatie in de fibrillen. Vloei, holtegroeï en holtevorming, dat bij de behandeling van zone 3 aan de orde komt, treden hier op. De wijze waarop de holten ontstaan is in zone 2 en zone 3 gelijk. Het enige verschil is de grootte van de spanning in de gebieden. Deze zorgt ervoor dat de holten elkaar gaan "voelen". De consequentie hiervan is dat de holtegroeï bij verlaagde spanning gaat plaatsvinden, dit vergeleken met groei van afzonderlijke holten.

zone 3 (rond de crazetip):

In zone 3 is de spanning in de fibrillen lager dan in zone 1 en 2. De holten blijken hier in de amorfe delen van de structuur te ontstaan. De hydrostatische spanning die op het amorf deel van de structuur werkt nadert een kritische waarde waarbij holtevorming begint op te treden. De holtevorming in de amorfe fasen vindt daar plaats waar de lamellen in de richting van het breukvlak liggen. Deze holten worden de microscheuren genoemd. De holtevorming is zeer plaatselijk in het materiaal. De spanningsvelden rond de gevormde microscheuren zijn zo klein dat ze elkanders invloed niet merken. Dit heeft tot gevolg dat er geen plastische vloei, zoals die wel in zone 2 voorkomt, optreedt. Zone 3 wordt daarom aangeduid als het gebied van waaruit de holtegroeï microcrazes of microscheuren ontstaan tussen de lamellen. De tie molekulen [5] zullen in dit gebied niet breken en dus zullen er geen primaire bindingen verbroken worden. Uit de voorgaande beschouwing blijkt dat er een gezamenlijk (mechanisch) gedrag optreedt van de amorfe en de kristallijne componenten in de structuur.

6.2. BESPREKING VAN DE SEM OPNAMEN

Naast de in §4.3.1 besproken scheuruitbreidingsbepaling vanaf het breukoppervlak met de (licht)meetmicroscoop, zijn met de Scanning Electron Microscoop enkele breukvlakken nader onderzocht. De SEM heeft ten opzichte van de lichtmicroscopen als groot voordeel dat bij sterke vergrotingen de scherpte diepte behouden blijft. Zo kunnen van ruwe breukvlakken scherpe afbeeldingen worden verkregen.

De gebruikte SEM is van het merk JEOL type JSM 840A. De gebruikte versnelingsspanning was 10 kV en de working distance was 39 mm. Met behulp van de SEM opnamen wordt getracht meer informatie te verkrijgen over het breukproces op microscopische schaal.

Er zijn SEM opnamen gemaakt van 3 proefstukken. Dit zijn achtereenvolgens de proefstukken 3B25 (opname 0 tot en met 19), 2B25 (opname 20 tot en met 28) en 5B25 (opname 29 tot en met 39).

Proefstuk 3B25 geldt:	$J = 5.614 \text{ N/mm}$	; $\Delta a = 1.045 \text{ mm}$
Proefstuk 2B25 geldt:	$J = 10.496 \text{ N/mm}$	; $\Delta a = 1.969 \text{ mm}$
Proefstuk 5B25 geldt:	$J = 6.134 \text{ N/mm}$	; $\Delta a = 0.914 \text{ mm}$

Op de foto's staat linksonder op elke foto aangegeven welk nummer bij die foto behoort.

Aan de hand van de meest relevante opnamen wordt het breukproces besproken. Uit alle opnamen blijkt dat de breukvlakken van de proefstukken opmerkelijke structuren vertonen. In dit deel zal het ontstaan van deze structuren besproken worden.

Bij onderzoek met het blote oog en bij onderzoek met behulp van de meetmicroscoop (vergroting 10x) is op het breukvlak een redelijk goed onderscheid te maken tussen de voorvermoeding (links), de scheuruitbreiding en de restbreuk (rechts). Er zijn onder de meetmicroscoop op het breukoppervlak ook enkele grote oneffenheden te zien die tesamen een extra band vormen die boven de voorvermoedingsgrens (richting restbreuk) ligt. Met de meetmicroscoop is niet vast te stellen welke structuur deze band heeft. Vanaf de SEM opnamen zijn in sommige gevallen de grenzen tussen de verschillende processen moeilijker en soms gemakkelijker aan te geven. Dit wordt aan de hand van de opnamen verduidelijkt.

Van de serie foto's zijn de opnamen 29 tot en met 36 de meest interessante opnamen. Allereerst zullen deze foto's uitvoerig worden besproken. Aansluitend worden de overige foto's behandeld.

Proefstuk 5B25:

Foto 29 laat een overzicht van het breukvlak van proefstuk 5B25 zien bij een vergroting van 40x. Van links naar rechts lopend achtereenvolgens de voorvermoeding, de scheuruitbreiding en de (koude) restbreuk. De vertikaal lopende grens tussen de voorvermoeding en de scheuruitbreiding is aangegeven met a_v .

Rechts van a_{vv} loopt de grens a_{rb} die de overgang aangeeft tussen de scheuruitbreiding en de restbreuk. Het verschil tussen deze twee grenzen ($a_{rb} - a_{vv}$) is de scheuruitbreiding Δa .

Het scheuruitbreidingsgedeelte is in eerste instantie op te delen in twee gebieden: links de sponsachtige structuur en rechts een gebied waarop oneffenheden, in het vervolg schollen genaamd, te zien zijn. Dit is bij foto 29 aangegeven. De breukmechanismen van twee genoemde gebieden zullen verschillend zijn. Een sponsachtig of vezelig deel, aangegeven met Δa_{sp} , duidt op een taaie en langzame breuk. Er worden tijdens het breukproces vezeltjes gevormd. Het andere deel met de schollen, aangegeven met Δa_s , lijkt op een snelle en brosse breuk.

Deze twee gebieden zullen achtereenvolgens besproken worden.

1) het sponsachtige, vezelige deel Δa_{sp}

Uit foto 29 (vergroting 40x) en foto 30 (vergroting 75x) valt op te merken dat de sponsachtige structuur in de naar rechts lopende richting steeds fijner wordt. Dit is in overeenstemming met het model van een craze. Zoals al in §6.1. besproken is, zijn de fibrillen aan de basis van de craze sterk gerekt. Deze fibrillen worden van elkaar gescheiden door holten waaruit de grovere structuur voortkomt. In de richting van de tip van de craze zijn de fibrillen steeds minder gerekt. De holten zijn daar minder groot, wat een fijnere structuur oplevert.

Foto 29 toont aan dat er tijdens het belasten van het proefstuk een craze is ontstaan. Of er tijdens de toenemende belasting ook fibrillen zijn doorgebroken is niet met zekerheid te zeggen. Aangenomen mag worden dat bij een zekere waarde van de belasting de afmetingen van de craze een maximum waarde hebben bereikt. Deze maximum waarde moet als materiaaleigenschap worden gezien. Bij verdere toenemende belasting breken er aan de basis van de craze fibrillen door en zal de craze zich verder gaan uitbreiden.

Het mechanisme dat optreedt bij Slow Crack Growth (SCG) kan hier ook van toepassing zijn. Bij SCG bestaat er een verband tussen het doorbreken van de fibrillen aan de basis van de craze en de voortschrijding van de tip van de craze. De afmetingen van de craze blijven dan vrijwel constant, hoewel de scheur verder groeit.

Na het doorbreken van de fibrillen tijdens het belasten zal dit op het breukoppervlak te zien zijn als een homogeen gebied, een gelijkmatige verdeling van holten en fibrillen. Een fijne structuur duidt op een doorgebroken craze. Als aangenomen wordt dat de fibrillen door midden zullen breken, zal de scheurgroei beginnen met een gelijkmatig verdeelde structuur en daarna langzaam overgaan in een fijnvezelige structuur (afgezien van het gebied met de schollen).

Op foto's 29 en 30 is er in het sponsachtige gebied een grens aan te geven waarbij links van deze grens een wat grovere structuur en rechts van deze grens een wat fijnere structuur te zien zijn. De lengten van deze gebieden zijn in de foto's aangegeven met respectievelijk Δa_g en Δa_f . Hoewel deze grens niet als een duidelijke aftekening op de foto's te zien is, kan in het sponsachtige gebied worden opgedeeld in een gebied met scheuruitbreiding (Δa_g) en een gebied van een craze (Δa_f). Hierbij dient opgemerkt te worden dat een craze bestaat uit het fijne sponsachtige gedeelte Δa_f en het deel met de schollen Δa_s . Het laatst genoemde deel zal hierna worden besproken.

2) het deel met de schollen Δa_s

Bij de foto's 29 en 30 is het vlakke gebied met de schollen met een lengte van Δa_s aangegeven. Op foto 32 is deze grens in detail te zien. Hierbij valt op dat de grens niet scherp gedefinieerd is. De fibrillen zelf zijn ter plaatse van de schol niet gebroken, maar de breuklijn ligt door het bulkmateriaal net boven of net onder de fibrillen. De breuklijn verspringt van boven naar onder en vice versa (zie figuur 6.1.). Zodoende ontstaat er een grillige structuur met hoogteverschillen: de schollenstructuur. Onder de schollen zijn de fibrillen nog te zien. Het blijkt dat het deel met de schollen wel degelijk bij de craze behoort.

De foto's 34 tot en met 36, waarbij het proefstuk respectievelijk 45° , 60° en 75° is gekanteld, tonen nog eens aan dat de fibrillen onder de schollen doorlopen.

De grens tussen de scheuruitbreiding en de restbreuk, die met de (licht)meetmicroscop goed is vast te stellen, is sterk vergroot op foto 27 weergegeven. Bij sterke vergrotingen blijkt dat geen duidelijk verschil in breukoppervlak bestaat links en rechts van a_{rb} . Er mag daarom aangenomen worden dat het gebied met de schollen en het vlakke gebied rechts van a_{rb} tijdens de koude restbreuk zijn ontstaan.

Proefstuk 3B25:

Opnamen 1 (25x) en 2 (75x) tonen een overzicht van de verschillende breukstadia van proefstuk 3B25, die respectievelijk van links naar rechts lopen in de volgorde: voorvermoeiing, scheuruitbreiding Δa en koude restbreuk. De plaats waar deze opnamen zijn gemaakt is in figuur 6.2. aangegeven.

Achtereenvolgens zullen van de proefstukken 3B25 en 2B25 deze breukstadia besproken worden en er zal een verband worden gelegd tussen de verschillende opnamen. De verschillen tussen deze opnamen en de opnamen van proefstuk 5B25 zijn groot. Er is voor deze proefstukken geen model aan te geven dat het breukproces kan verklaren.

Het voorvermoeiingsoppervlak is relatief vlak ten opzichte van de scheuruitbreiding en de restbreuk. Er zijn geen zogenaamde groeibanden op het voorvermoeiingsoppervlak te zien (foto 1, 3 en 4). Het kenmerkende uiterlijk van het voorvermoeiingsoppervlak, het uittrekken van polymeervezeltjes uit de bulk, is op de opnamen 3 (100x, links) en 4 (500x) duidelijk te zien. De K_{max} -waarde aan het einde van het voorvermoeiingsdeel is $1.4 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ($R = 0.1$ waaruit volgt dat $\Delta K = 1.26 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$).

De scheiding van de voorvermoeiing-scheuruitbreiding is niet, zoals met de meetmicroscop (vergroting 10x) wel is vastgesteld, volgens een rechte lijn: aan het einde van het voorvermoeiingsoppervlak zijn grote ondiepe holten ($\pm \varnothing 75 \mu\text{m}$) zichtbaar. Dit is waarschijnlijk het gevolg van de damage zone die is ontstaan tijdens het voorvermoeien, zich daarna heeft uitgebreid en later is doorgebroken. De holten zijn van ongeveer gelijke grootte.

Vergelijking van het voorvermoeiingsoppervlak (opname 4) met het einde van de voorvermoeiing (opname 3) doet vermoeden dat de holten inderdaad een gevolg zijn van de voorvermoeiing. Deze holten worden niet meegenomen bij de bepaling van de scheuruitbreiding Δa .

Het eerste deel van de scheuruitbreiding bestaat uit een grof vezelig, sponsachtig oppervlak dat een band vormt met een breedte van van circa $100 \mu\text{m}$

waarin de grootte van de holten sterk variëren. Opname 5 (400x) toont hiervan een voorbeeld.

Uit foto 6 (2000x), een sterk vergrote opname van dit vezelig oppervlak, valt op te maken dat de holten een diameter van ruim 40 μm kunnen hebben. In dit vezelige gebied zijn ook enkele grotere ondiepe komvormige holten te zien, waarvan de structuur sterk afwijkt van de vezelstructuur.

Opname 6 geeft hiervan een voorbeeld. De oorzaak van het ontstaan van dit soort holten is niet bekend. Aangenomen wordt dat oriëntaties en verontreinigingen een grote rol spelen bij het ontstaan van deze holten.

Na dit vezelige deel wat na aftasting met de SEM over het gehele breukoppervlak als een band is waargenomen, volgt een relatief vlak deel met allereerst grote en later wat kleinere schollen. In het begindeel van het schollengebied zijn grote gaten te zien. Deze gaten zijn ook op andere plaatsen van het breukoppervlak waargenomen (opname 16). Het ontstaan van de schollen en de gaten is het gevolg van het koud doorbreken.

In de richting van de crazetip worden de hoogteverschillen tussen de schollen kleiner (opname 10 (100x)). Dit houdt verband met de kortere en minder sterk gerekte fibrillen die in het rechter deel van de opname zijn te zien.

Sterke vergrotingen van dit vlakke gebied, te zien op opname 12 (1000x), geven aan dat er geen fibril pull out op de schol heeft plaats gevonden. Dit was ook te verwachten omdat het bulkmateriaal koud is gebroken/gespleten.

Op de genoemde opname 12 loopt tussen de aangegeven pijlen de grens met links de scheuruitbreiding en rechts de restbreuk. Een duidelijk zichtbare overgang zoals die wel met de meetmicroscoop en op opname 10 is waargenomen is ook hier niet te ontdekken. Het breukmechanisme is tussen het linker en rechter deel op opname 12 niet sterk verschillend. Ook op de overzichtsopnamen 1 en 2 is deze grens duidelijker vast te stellen.

Foto 16 (75x) is genomen uit het midden van proefstuk 3B25. Ook hier is een duidelijke analogie met opname 2. Hier zijn dezelfde drie gebieden te onderscheiden. Opname 17 (500x) toont het vermoelingsoppervlak, wat weer duidelijk uit de vezelstructuur blijkt. Toch is deze vezelstructuur fijner dan die van opname 4. Dit kan het gevolg zijn van de verschillende spanningstoestanden: hoofdzakelijk plane stress (opname 4) en plane strain (opname 16).

Foto 19 (500x) is een detailopname van de holte die op foto 16 met een pijl is aangegeven. Opmerkelijk is de grillige overgang van de vezelige structuur naar het gedeelte met de schollen. De vezels die afkomstig zijn van de fibrillen lopen onder de schollen. Dit is de overgang van de fibrilbreuk in het sponsachtig deel naar het deel met de schollen (breuk van het bulkmateriaal).

Proefstuk 2B25:

Foto 20 (25x) toont een overzicht van de diverse breukstadia van proefstuk 2B25. Dit proefstuk is verder belast dan het vorige proefstuk 3B25. Opmerkelijk is dat bij dit breukvlak de band met grof vezelige structuur ontbreekt.

Vanaf de op opname 21 (40x) aangegeven pijl zijn een aantal opnamen gemaakt in de richting van de scheuruitbreiding, dus van links naar rechts.

Op opname 22 (500x) is links de voorvermoeiing en rechts de (fijne) vezelige structuur zichtbaar. De vezelige structuur is het begin van de scheuruitbreiding.

Het einde van de voorvermoeiing is vlak over een afstand van 40 tot 100 μm . Aangenomen wordt dat dit vlakke gebied is ontstaan na het doorbreken van de fibrillen die gevormd zijn in de damage zone.

Als de fibrillen doorgebroken zijn is er nog breukenergie over waardoor over een klein gebied van circa 100 μm een vorm van splijtbreuk (doorschieten) plaatsvindt. De scheurgroei stopt als er onvoldoende energie over is om de scheur verder uit te kunnen breiden.

Na de voorvermoeiing is er een abrupte overgang naar een vezelige structuur. Deze overgang zal het gevolg kunnen zijn van de opgetreden blunting van de scheurtip. Het uiterlijk van de structuur wordt naar rechts toe fijner totdat er een nieuwe band ontstaat met opnieuw grovere vezels (foto 24 (500x)).

Boven foto 24 is nog iets van een fiber pull out te zien. Opname 25 (500x) toont deze fiber pull out.

Dit komt op meerdere plaatsen in deze band voor (zie opname 20 en 21). Het ontstaan van deze 'kraters' wordt toegeschreven aan verontreinigingen of verschillen in oriëntaties in het materiaal.

Foto 26 (100x) is genomen rechts van foto 24. Er is weer een gebied met schollen, afgewisseld met vezelige, sponsachtige gebieden te zien. Deze vezels (fibrillen) lopen onder de schollen door. Het blijkt dat de fibrillen, die ook hier weer onder de schollen doorlopen, in sommige gevallen de zwakste schakel vormen in het scheuruitbreidingsgebied. Er is ook een opname gemaakt van de overgang van scheuruitbreiding naar restbreuk. De opname 27 (500x) vertoont vele overeenkomsten met opname 12. Op de foto is de grens scheuruitbreiding-restbreuk aangegeven met pijlen.

Tijdens deze discussie wordt telkens aangenomen dat de voorvermoeiing, de scheuruitbreiding en de restbreuk met het blote oog en macroscopisch duidelijk van elkaar te onderscheiden zijn.

Een scheur wordt in de theorie gekenmerkt door een nieuw gecreëerd oppervlak. Bij kunststoffen ligt dit anders. De fibrillen ontstaan bij het belasten vormen bruggen tussen de scheurflanken en kunnen nog krachten opnemen. De spanningen die de fibrillen in de craze kunnen opnemen zijn aanzienlijk hoger dan de vloeispanning van het materiaal [5]. Dit komt voort uit de oriëntatie van de moleculen tijdens de fibrilvorming.

Er is dikwijls een discussie over de gemeten scheuruitbreiding Δa . De vraag is of de in dit rapport bepaalde scheuruitbreiding Δa als werkelijke scheuruitbreiding beschouwd moet worden of niet.

In de literatuur wordt namelijk de scheurlengte a bepaald tot aan de fibrillen en niet tot aan de crazetip.

7. Conclusies

- Als de proefstukken koud doorgebroken worden is met het blote oog en de meetmicroscop de scheuruitbreiding Δa beter vast te stellen dan wanneer de proefstukken worden navermoeid.
- De bepaling van de scheuruitbreiding met behulp van een polynoom en daarna toepassing van de negenpuntsmethode op deze polynoom is voldoende nauwkeurig.
- Het initiatiepunt en de scheuruitbreiding Δa van de voorvermoeide proefstukken zijn niet met behulp van de key curve methode te bepalen. De verschillen in hellingen van de te vergelijken $H-\frac{\Delta}{W}$ diagrammen zijn daarvoor te groot. Het is mogelijk dat de scheuruitbreiding van proefstukken die met een mesje gekerfd zijn wel met behulp van de key curve methode bepaald kan worden.

- De vergelijkingen van de gevonden power law krommen zijn:

$$J = 8.81312 (\Delta a)^{0.23985} \quad \text{voor de B50 proefstukken}$$

$$J = 5.44083 (\Delta a)^{0.25234} \quad \text{voor de B25 proefstukken}$$

De bijbehorende $J_{0.2}$ -waarden zijn:

$$J_{0.2} = 5.99 \text{ N/mm} \quad \text{voor de B50 proefstukken}$$

$$J_{0.2} = 3.63 \text{ N/mm} \quad \text{voor de B25 proefstukken}$$

Volgens Williams de $J_{0.2}$ -waarde voor HDPE ligt tussen 3 en 7.5 N/mm [3]. De gevonden $J_{0.2}$ -waarden liggen in dit gebied, dus de orde van grootte voor de $J_{0.2}$ -waarden is correct. De $J_{0.2}$ -waarde voor kleinere proefstukken is lager dan voor de grotere proefstukken. Dit wordt ook in lit. 5 aangegeven.

- Er kan een verband gelegd kunnen worden tussen de J-waarde en de $\delta_{t,pl}$ waarde. De helling van de rechte voor B50 proefstukken:

$$J = 0.8996 \sigma_y \delta_{t,pl}$$

Deze m-waarde komt vrij dicht bij de in de literatuur gevonden waarden voor m. In lit. [14] wordt een waarde van circa 0.7 aangegeven voor m. Voor de B25 proefstukken is geen verband gevonden.

- Tijdens de proeven is waargenomen dat de blunting van de scheurtip zeer groot is. De scheurtipopening $\delta_{t;pl}$ neemt daardoor ook toe. Er treedt een sterke afplatting (ellipsvorming) van de scheurtip op.
- Als de ASTM norm betreffende de afmetingen van het proefstuk wordt toegepast, blijkt de minimale dikte van het proefstuk 3.25 mm (B25) en 5.5 mm (B50) te zijn.
- Uit de SEM opnamen is gebleken dat de gemeten scheuruitbreiding Δa de lengte van de tijdens de proef ontstane craze is. Uit de opnamen blijkt dat het mechanisme voor breuk verschillend is. Het breukpad is niet gedefinieerd, maar houdt verband met de mate van strekking van de fibrillen. Er schijnt een dualiteit tussen de sterkte van de fibrillen en de sterkte van het bulkmateriaal te zijn.

Literatuurlijst

1. Hale, G., A testing protocol for conducting J-R curve tests on plastics, 1991.
2. Rice, J.R., Paris, P.C., Turner, C.E., ASTM STP, 601, 1976, p. 231 - 245.
3. ASTM E813-81, "*Standard test method for J_{IC} , a measure of fracture toughness*", 1981. Annual book of ASTM standards, deel 10 (American Society for Testing and Materials, Philadelphia, Pennsylvania, 1981), p. 810.
4. ASTM E813-87, "*Standard test method for J_{IC} , a measure of fracture toughness*", 1987. Annual book of ASTM standards, deel 10 (American Society for Testing and Materials, Philadelphia, Pennsylvania, 1987), p. 968.
5. Klooster, H. ten, J-integraal bepaling van kunststoffen. Literatuurscriptie, december 1991.
6. Ewalds, H.L., Wanhill, R.J.H., Fracture Mechanics. DUM, 1986.
7. Lai, J. The viscoelastic behavior of polymers. Delft, January 1992.
8. Van der Vegt, A.K., Polymeren, van keten tot kunststof. DUM 1991.
9. Steenkamp, P.A.J.M., Stable crack growth and instability. Final report of subprogram, volume 6. Delft University, March 1985.
10. Jones jr., R.E., Walter, W.L., *Fracture toughness testing of polyethylene pipe materials* in Nonlinear fracture Mechanics, Volume I: time dependant fracture, Philadelphia, Saxena, A., Landes, J.D., Bassani, J.L., American Society for Testing and Materials (1988), p. 447-456.

11. Riemslag, A.C., Vermoeiingsscheurgroei gedrag van polyetheen. Delft, november 1990.
12. Kinloch, A.J., Young, R.J., Fracture behaviour of polymers. New York, Elseviers Applied Science 1988.
13. Reynolds, P.T., *Stress-activated micro mechanistic deformation transitions in the failure of polyethylene*. Journal of Materials Science Letters 11 (1992) p. 244-247.
14. Bramuzzo, M., *High-speed fracture mechanics by photography of polypropylene copolymers*. Polymer Engineering and Science 29 (1989) p. 1077-1088

Appendices

APPENDIX A

Voorvermoeiing

Bij de voorvermoeiing wordt een wisselende (sinus)belasting (met $P_{\min}$ en $P_{\max}$) aan het proefstuk opgelegd.

Bij het voorvermoeien van de SENB-proefstukken is een frequentie van 5 Hz en een R-waarde van 0.1 toegepast.

De R-waarde is gedefinieerd als:

$$R = \frac{P_{\min}}{P_{\max}} = \frac{K_{\min}}{K_{\max}} (= 0.1) \quad (\text{A.1.})$$

waarin K de spanningsintensiteitsfactor is.

Bij het bepalen van de vermoeiingsbelasting P is gebruik gemaakt van de vergelijking [6]:

$$K_{\max} = \frac{P_{\max} S}{BW^{3/2}} f\left(\frac{a}{W}\right) \quad (\text{A.2.})$$

met als correctiefactor voor de afmetingen:

$$f\left(\frac{a}{W}\right) = \frac{3\sqrt{\left(\frac{a}{W}\right)} \left[1.99 - \left(\frac{a}{W}\right) \left(1 - \left(\frac{a}{W}\right) \right) (2.15 - 3.93 \left(\frac{a}{W}\right) + 2.7 \left(\frac{a}{W}\right)^2) \right]}{2 \left(1 + 2 \left(\frac{a}{W}\right) \right) \left(1 - \left(\frac{a}{W}\right) \right)^{3/2}} \quad (\text{A.3.})$$

APPENDIX B

Key curve

De key curve methode tracht het moment van scheurinitiatie en de scheuruitbreiding Δa van een sterk gescheurd proefstuk te bepalen. Er wordt uitgegaan van het normaliseren van de opgenomen P- Δ diagrammen. Verder wordt er gebruik gemaakt van proefstukken met constante scheurlengte: de zogenaamde key hole proefstukken.

De scheurlengte en de scheurgroei Δa kunnen zo op elk punt van het P- Δ diagram bepaald worden door de snijpunten van het opgenomen P- Δ diagram met de P- Δ diagrammen van constante scheurlengte te bepalen. Zie figuur B.1.

Veronderstel dat een punt op de kromme, bijvoorbeeld $a = a_i = \text{constant}$, de opgenomen P- Δ kromme snijdt in punt A.

De scheurlengte bij A is gelijk aan a_i en de scheuruitbreiding aan $\Delta a = a_i - a_0$.

Door invoering van een $\frac{H'}{H}$ - functie, ontstaan uit een proefstuk met constante scheurlengte, kan de scheurgroei Δa bepaald worden. Dit wordt in deze appendix uitgewerkt. De sommatie van deze scheurgroei Δa geeft de totale hoeveelheid scheurgroei Δa bij dit punt.

Het grote voordeel van de key curve methode en de relatie hiervan met de J-integraal zal in dit hoofdstuk behandeld worden.

THEORIE KEY CURVE METHODE

Een opgenomen P- Δ diagram kan zo opgesplitst worden dat de belastingsverplaatsing Δ verdeeld wordt in een elastisch deel Δ_e en een plastisch deel Δ_{pl} . In gevallen waar grote plasticiteit optreedt mag verondersteld worden dat deze plasticiteit geheel geconcentreerd is in het ligament.

Rice et al. (1973) en Ernst & Paris (1980) hebben met behulp van de dimensie-analyse afgeleid dat er een relatie bestaat tussen de variabelen kracht P, Δ_{pl} en de geometrie van het proefstuk. Voor een bepaald materiaal en een bepaalde geometrie verdwijnen er een groot aantal variabelen.

De relatie die is gevonden wordt zo vereenvoudigd tot:

$$\frac{P}{b} \left(\frac{W}{B} \right)^\beta = F \left(\frac{\Delta_{pl}}{W}, \frac{a}{W} \right) \quad (\text{B.1.})$$

Dit betekent dat verschillende proefstukgrootten met elkaar vergeleken kunnen worden, mits de spanningstoestand (de mate van constraint van het proefstuk) gelijk blijft.

Als de $\frac{a}{W}$ -waarde niet of slechts zwak afhankelijk is van de functie F en door een geschikte keuze van exponent β (deze blijkt 1 te zijn voor SENB proefstukken) blijft over:

$$P = \frac{b^2}{W} F_1 \left(\frac{\Delta_{pl}}{W}, \frac{a}{W} \right) \quad (B.2.)$$

Na scheiding van de variabelen van functie F_1 ontstaat:

$$P = \frac{b^2}{W} H_1 \left(\frac{\Delta_{pl}}{W} \right) g_1 \left(\frac{a}{W} \right) \quad (B.3.)$$

waarin H_1 en g_1 functies zijn van respectievelijk $\frac{\Delta_{pl}}{W}$ en $\frac{a}{W}$.

Om de F_1 -functie (vergelijking B.2.) te verkrijgen worden in de praktijk zogenaamde blunt notched proefstukken toegepast die (wanneer ze worden belast) pas scheuruitbreiding vertonen bij relatief grote verplaatsingen Δ_{pl} ten opzichte van W .

Als blijkt dat de afwijkingen van F ten opzichte van $\frac{a}{W}$ klein zijn, dan zal de g_1 -functie zal uit vergelijking B.3. vallen.

In hoofdstuk 2 is al aangegeven dat de bepaling van de J -waarde is alleen geldig als er geen scheuruitbreiding heeft plaats gevonden. Voor scheuruitbreidingen moet J gecorrigeerd worden volgens formule 2.5.

Voorts blijkt uit de J -theorie dat J een functie is van de scheurlengte en de belasting of verplaatsing, onafhankelijk van de gevolgde weg (formule 2.2.).

In hoofdstuk 2 is tevens aangegeven dat J is opgebouwd uit een elastisch deel en een plastisch deel.

Door omvorming van de laatste term in vergelijking 2.3. kan het plastisch deel van J met behulp van de F -functie verkregen worden:

$$J_p = \frac{\eta_p}{b} \int_0^{\Delta_{pl}} P d\Delta_{pl} \quad (B.4.)$$

De grootte van η_p hangt niet af van de proefstukgeometrie, maar van P , Δ_{pl} en a . Voor SENB proefstukken waarbij zuivere buiging optreedt is in hoofdstuk 2 aangegeven dat $\eta_p = 2$ voor sterk gescheurde proefstukken en als aan $S = 4W$ is voldaan geldt dat $\eta_e = 2$. De verplaatsing Δ_{pl} in vergelijking B.4. mag vervangen worden door verplaatsing Δ .

De vergelijking B.3. wordt nu geschreven als:

$$P = \frac{b^2}{W} H \left(\frac{\Delta}{W} \right) \quad (B.5.)$$

De g-functie uit B.3. is een constante die in de H-functie is verwerkt.

Door toevoeging van een correctie op de J-integraal is de J-waarde ook te berekenen voor kleine hoeveelheden scheurgroei. Deze J-waarde en de scheurgroei Δa kan gerelateerd worden aan het P- Δ diagram.

Na differentiatie van vergelijking B.3. kan een scheurgroeistapje van da , veroorzaakt door een toename van P met dP en een toename van Δ met $d\Delta$, uitgedrukt worden als:

$$da = \frac{b}{\eta W} \left(\frac{H'}{H} - \frac{W}{P} \frac{dP}{d\Delta} \right) d\Delta \quad (B.6.)$$

$$= \frac{b}{\eta W} \left(\frac{W}{P} \left(\frac{\partial P}{\partial \Delta} \right)_a - \frac{W}{P} \frac{dP}{d\Delta} \right) d\Delta \quad (B.7.)$$

$$\text{met:} \quad H' = \left(\frac{dH}{d\frac{\Delta}{W}} \right) \quad (B.8.)$$

De scheurgroei Δa , de som is van alle kleine scheurgroeistapjes da , is te bepalen met behulp van de $\frac{H'}{H}$ - functie (zie voor de H-functie vergelijking B.5.).

De $\frac{H'}{H}$ - functie kan bepaald worden uit het P- Δ diagram van een proefstuk met constante scheurlengte.

In de praktijk worden daarom blunt notched proefstukken toegepast om de scheuruitbreiding zo ver mogelijk uit te kunnen stellen.

De $\frac{H'}{H}$ - functie is alleen afhankelijk van $\frac{\Delta}{W}$ en daarom is één proefstuk voldoende voor de bepaling van de key curve.

Uit een P- Δ diagram kan de J-waarde iteratief benaderd worden door gebruik te maken van vergelijking B.5. wat het volgende oplevert:

$$J_{i+1} = \left\{ J_i + \left(\frac{\eta}{b} \right)_i A_{(i+1)} \right\} \left\{ 1 - \left(\frac{1}{b} \right)_i (a_{i+1} - a_i) \right\} \quad (B.9.)$$

De scheurgroei $da = a_{i+1} - a_i$ kan experimenteel bepaald worden met de bekende $\frac{H'}{H}$ - functie.

APPENDIX C

Check list

- 1. Materiaal:** HDPE
- 2. Proefstuktype:** Single Edge Notched Bend
- 3. Proefstukafmetingen;**
B50:
 $W = 100 \text{ mm}$
 $B = 50 \text{ mm}$
 $B_N = 40 \text{ mm}$
 $a_0 \approx 60\text{-}64 \text{ mm}$

B25:
 $W = 50 \text{ mm}$
 $B = 25 \text{ mm}$
 $B_N = 20 \text{ mm}$
 $a_0 \approx 29\text{-}33 \text{ mm}$
- 4. Ingesloten hoek van de zijgroeven:** 60°
tipradius van de zijgroeven: 0.25 mm
- 5. De scheurinitiatie is gedefinieerd als** $0.55 W \leq a_0 \leq 0.65 W$
- 6. Kerfmethode:** voorvermoeien
frequentie: 5 Hz
R-waarde: 0.1
- 7. Vloespanning van het materiaal:** $\sigma_y = 28 \text{ N/mm}^2$
- 8. Youngs modulus:** $E = 1100 \text{ N/mm}^2$
- 9. Testtemperatuur:** $T = \pm 23 ^\circ\text{C}$
- 10. belastingssnelheid voor alle proeven** 1 mm/min
- 11. Multiple specimen methode**

12. Aantal geteste proefstukken voor de J- Δa kromme
 B50: 9 stuks
 B25: 10 stuks

13. De scheurgroei was kleiner dan 0.1 (W - a)

14. B50: $J_{\max} \approx 40.1 \text{ kJ/m}^2$
 B25: $J_{\max} \approx 19.3 \text{ kJ/m}^2$

15. B50: $\Delta a_{\max} = 4.487 \text{ mm}$
 B25: $\Delta a_{\max} = 1.969 \text{ mm}$

16. Aan de grenseisen voor de J- Δa kromme is voor het proefstuk 9B50 en het proefstuk 2B25 niet voldaan, de overige proefstukken voldoen wel aan de grenseisen

17. Power law fitting constanten:

 B50: $B = 8.81312$
 $c = 0.23985$

 B25: $B = 5.44083$
 $c = 0.25234$

18. B50: $J_g = J_{\max} \approx 40.1 \text{ kJ/m}^2$
 B25: $J_g = J_{\max} \approx 19.3 \text{ kJ/m}^2$

19. B50: ω (6B50: $a = 64.2 \text{ mm}$) = 4.976
 ω (10B50: $a = 59.7 \text{ mm}$) = 6.128
 $4.976 < \omega < 6.128$

 B25: ω (7B25: $a = 32.75 \text{ mm}$) = 1.845
 ω (10B25: $a = 28.96 \text{ mm}$) = 2.610
 $1.845 < \omega < 2.610$

20. B50: $\Delta a_l = 0.859 - 0.967 \text{ mm}$
 B25: $\Delta a_l = 0.435 - 0.531 \text{ mm}$

$$\begin{array}{ll} 21. \text{ B50:} & J_g \approx 40.1 \text{ kJ/m}^2 \quad \underline{\text{geldig}} \\ & \text{B25:} \quad J_g \approx 19.3 \text{ kJ/m}^2 \quad \underline{\text{geldig}} \end{array}$$

$$22. \quad \frac{J_{0.2}}{\sigma_y} = 0.214 \ll B$$

$$\frac{J_{0.2}}{\sigma_y} = 0.130 \ll b_0$$

$$23. \text{ B50:} \quad \frac{dJ}{da} (\Delta a_{0.2}) = 0.622 \ll \sigma_y$$

$$\text{B25:} \quad \frac{dJ}{da} (\Delta a_{0.2}) = 0.412 \ll \sigma_y$$

24. Er is geen brosse breuk waargenomen

