

ȘCOALA DOCTORALĂ INTERDISCIPLINARĂ

Facultatea: Design de Produs și Mediu

Ing. Alexandru Gh. BEJINARU-MIHOȘ

**Studii și cercetări privind metodele
de testare a materialelor biocompozite**

**Researches on the testing methods
of biocomposite materials**

REZUMAT / ABSTRACT

Conducător științific

Prof.dr.ing. Ileana-Constanța ROȘCA

BRAȘOV, 2021

D-lui (D-nei)

COMPONENȚA

Comisiei de doctorat

Numită prin ordinul Rectorului Universității Transilvania din Brașov

Nr. 11341 din 27.07.2021

PREȘEDINTE: Prof.dr.ing. Codruța Ileana JALIU, Universitatea Transilvania din Brașov

CONDUCĂTOR ȘTIINȚIFIC: Prof.dr.ing. Ileana-Constanța ROȘCA, Universitatea Transilvania din Brașov

REFERENȚI: Prof. Ph.D. Santiago FERRÁNDIZ BOU, Universitatea Politèchnica de València, Spania

Prof. Ph.D. Octavio Ángel FENOLLAR GIMENO, Universitatea Politèchnica de València, Spania

Prof.dr.ing. Luciana CRISTEA, Universitatea Transilvania din Brașov

Data, ora și locul susținerii publice a tezei de doctorat: 29.09.2021, ora 11,00, sala on-line, pe platforma bbb.unitbv.ro

Eventualele aprecieri sau observații asupra conținutului lucrării vor fi transmise electronic, în timp util, pe adresa, bejinaru.mihoc.alexandru@unitbv.ro, ilcrosca@unitbv.ro.

Totodată, vă invităm să luați parte la ședința publică de susținere a tezei de doctorat.

Vă mulțumim!

CUPRINS

CUPRINS	1
CONTENT	2
1. INTRODUCERE	3
2. STADIUL ACTUAL AL CERCETĂRII ÎN DOMENIUL TEZEI	4
2.1 Structura materialelor biocompozite	4
2.2 Clasificarea materialelor biocompozite sintetice	4
2.3 Domenii de utilizare ale biocompozitelor (sintetice)	5
2.4 Caracteristicile biocompozitelor	5
2.5 Metode și procedee de testare a materialelor biocompozite	6
2.6 Concluzii	6
3. OBIECTIVELE TEZEI	7
3.1 Motivația tezei de doctorat	7
3.2 Obiectivele tezei de doctorat	7
4. PROPRIETĂȚILE MATERIALELOR BIOCUMPOZITE POLIMERICE	8
4.1 Noțiuni generale privind biocompozitele polimerice	8
4.2 Proprietățile materialelor biocompozite polimerice	8
4.4 Procente masice și volumice	10
4.5 Lungimea fibrei	10
4.6 Proprietăți fizice	11
4.7 Caracteristicile elastice ale structurii	11
5. BIOCUMPOZITE POLIMERICE HIBRIDE	15
5.1 Definiții și clasificare	15
5.2 Proprietăți	16
6. METODE DE TESTARE EXPERIMENTALĂ A MATERIALELOR BIOCUMPOZITE	17
6.1 Categoriile de materiale biocompozite testate experimental	17
6.2 Tipuri de teste experimentale folosite în cercetarea experimentală	17
6.3 Materialul biocompozit hibrid polimeric tip „inter-ply”	17
6.4 Determinarea proprietăților mecanice ale materialului biocompozit hibrid C:D tip „interlay”	21
6.5 Material biocompozit HA/PLA	31
7. CONCLUZII FINALE. CONTRIBUȚII ORIGINALE MODUL DE VALORIFICARE A REZULTATELOR. DIRECȚII VIITOARE DE CERCETARE	35
7.1. Concluzii finale	35
7.2. Contribuții originale	36
7.3. Valorificarea rezultatelor cercetării	37
7.4. Direcții viitoare de cercetare	37
BIBLIOGRAFIE	38

CONTENT

CUPRINS	1	1
CONTENT	2	
1. INTRODUCTION	3	6
2. CURRENT STAGE OF RESEARCH IN THE THESIS DOMAIN	4	17
2.1 Biocomposite materials structure	4	17
2.2 Classification of synthetic biocomposite materials	4	18
2.3 Biocomposites (synthetic) application domains	5	21
2.4 Biocomposites characteristics	5	22
2.5 Methods and techniques for testing biocomposite materials	6	27
2.6 Conclusion	6	30
3. THESIS OBJECTIVES	7	31
3.1 Motivation of the doctoral thesis	7	31
3.2 Objectives of the doctoral thesis	7	32
4. PROPERTIES OF POLYMERIC BIOCOSPOSITE MATERIALS	8	33
4.1 General notions on polymeric biocomposite	8	33
4.2 Properties of polymeric biocomposite	8	34
4.4 Mass and volume percentages	10	36
4.5 Fiber length	10	37
4.6 Physical properties	11	37
4.7 Elastic characteristics of the structure	11	38
5. HYBRID POLYMERIC BIOCOSPOSITES	15	43
5.1 Definitions and classification	15	43
5.2 Properties	16	47
6. METHODS OF EXPERIMENTAL TESTING OF BIOCOSPOSITE MATERIALS	17	49
6.1 Categories of experimentally tested biocomposite materials	17	49
6.2 Types of experimental tests used in experimental research	17	49
6.3 Materialul biocompozit hybrid polimeric tip „ inter-ply”	17	50
6.4 Determining the mechanical properties of the hybrid biocomposite material CF: GF type „interlay”	21	59
6.5 HA/PLA biocomposite material	31	85
7. FINAL CONCLUSIONS. ORIGINAL CONTRIBUTIONS. RESEARCH VALORIZATION. DIRECTIONS FOR FUTURE RESEARCH	35	105
7.1. Final conclusions	35	105
7.2. Original contributions	36	106
7.3. Valorization of research results	37	107
7.4. Future directions of research	37	107
REFERENCES	38	108

INTRODUCERE

Materialele compozite sau pe scurt compozitele sunt materiale noi și avansate obținute din combinarea a cel puțin două materiale constitutive distincte sau faze, la o scară dimensională microscopică sau macroscopică Ramakrishna et al, [Ram.04], Park și Lakes [Par.07.a], una numită matrice iar cealaltă fază de armare, ranforsant sau „schelet”, iar ambele faze își păstrează identitatea adică nu sunt solubile între ele. Materialul compozit este un material proiectat anume pentru a răspunde unor cerințe specifice din diverse domenii: industria autovehiculelor, industria aeronautică și spațială, industria medicală și a materialelor sportive etc. [Nic.11], având proprietăți structurale superioare oricăruia dintre materialele constitutive [Ală.97], [Bah.15], [Ift.03], [Mal.08], [Cal.10].

Între matrice și armătură se întâlnesc două tipuri de contacte [Mit.04], [Jen.12], [*Cha.15], [And.19]:

- contact interfață - o regiune de volum finit, de construcție tridimensională, ce are propriile sale proprietăți chimice, fizice și mecanice;
- contact interfață - o suprafață de construcție bidimensională caracterizată prin proprietăți fizice și mecanice unice față de cele ale componentelor aflate în contact.

Tipurile materialelor folosite la matrice și la faza de armare dau denumirea materialului compozit cât și caracteristicile lui mecanice, termice, biologice etc. [Ioa.12], [Per.14], [Mal.08].

În acest context, există o mare diversitate de materiale compozite ce sunt clasificate în funcție de diferite criterii, dintre care clasificarea după natura materialelor constitutive distincte sau fazelor are un grad ridicat de generalizare. După acest criteriu, sunt trei mari grupe de materialele compozite, cunoscute sub denumirea generală de materiale biocompozite sau pe scurt biocompozite [Ram.04], [Ram.16]: naturale, sintetice și materiale biocompozite, din combinații cu matricea din biopolimeri/polimeri sintetici și ranforsantul din fibre naturale (biofibre)/sintetice.

Eco-compozitul care este un nou material compozit format dintr-o matrice polimerică și un ranforsant din fibre naturale este un biocompozit reprezentativ pentru biocompozite. Pentru Roy et al. [Roy.14] termenul de biocompozit se referă la „eco-compozit biodegradabil”. Coterlici [Cot.15] a elaborat, recent, o lucrare de sinteză privind eco-compozite sustenabile și elementele caracteristice ce le definesc. Compozitele sintetice cât și eco-compozitele au trasee de fabricare specifice.

Pornind de la aceste considerații, teza doctorală intitulată **Studii și cercetări privind metodele de testare a materialelor biocompozite** își propune să realizeze cercetări teoretice și practice în ceea ce privește aspectele specifice ale biocompozitelor utilizate în domeniul medical – elemente de protezare, elemente de ortezare, sisteme de recuperare și antrenament. Lucrarea de cercetare teoretică și experimentală, este structurată pe 7 capitole în care se parcurge gradual subiectul de cercetare științifică. Se începe cercetarea cu o introducere în temă și se finalizează cu prezentarea sistemică a concluziilor generale, descrierea contribuțiilor originale și respectiv a direcțiilor viitoare de cercetare. Bibliografia, foarte cuprinzătoare, prezintă lucrările, tezele de doctorat, articolele și sursele de informații utilizate pe perioada cercetării.

STADIUL ACTUAL AL CERCETĂRII ÎN DOMENIUL TEZEI

2.1 Structura materialelor biocompozite

Prin definiție, materialele biocompozite sintetice au constituenții, matricea și faza de ranforsare, din biomateriale neviabile. Structura și proprietățile unui material biocompozit sintetic se proiectează pe baza unui grup de date principale reprezentate de:

- cantitatea și calitatea constituenților și a materialelor suplimentare;
- natura și geometria matricei și a componentei de ranforsare;
- conținutul procentual de material de armare și respectiv de incluziuni;
- caracteristicile chimice ale interfeței ranfort-matrice și interacțiunile dintre componente;
- factorii mecanici, biologici, biochimici etc.;
- procedeele de fabricare.

2.2 Clasificarea materialelor biocompozite sintetice

În momentul actual, materialele biocompozite (sintetice) sunt clasificate în funcție de următoarele criterii [Ram.16], [Ram.04], [Mey.09], [Mig.13], [Mig.04], [Aff.15], [Fel.13]:

- după natura matricei:
 - a. biocompozite cu matrice metalică, ex. Ti/HA; Ti-6Al-4V/HA etc.;
 - b. biocompozite cu matrice ceramică, ex. HA/oțel inoxidabil; HA/sticlă etc.;
 - c. biocompozite cu matrice polimerică (organică) PEEK, HDPE, rășini epox etc. Această grupă, deține ponderea în cadrul diverselor aplicații medicale deoarece au proprietățile mecanice și biologice apropiate de cele ale țesutului gazdă [Peg.17] cât și datorită modului comod de fabricare a compozitului, [Gül.02], [Des.15].;
 - d. biocompozite carbon-carbon;
 - e. compozite cu matrice carbonică;
- după configurația geometrică a materialului de armare biocompozitele se împart în:
 - a. biocompozite multistrat și biocompozite nestratificate armate cu fibre - continue sau discontinue, lungi sau scurte, țesături, bidirecționale [Mit.04], [Mor.07], [Mal.08];
 - b. biocompozite cu: microparticule, pulbere și particule mari, întâlnite în curent în domeniul dentar;
- după gradul de resorbabilitate, biocompozitele se grupează în:
 - a. biocompozite neresorbabile - matricea și ranforsantul sunt (ambele) din biomateriale nonresorbabile în corp (tije la protezele de șold și genunchi, plăcile osoase, fixatori externi etc.);
 - b. biocompozite parțial resorbabile - matrice cu material absorbabil și ranforsant din material nonabsorbabil care are rolul de a îmbunătăți proprietățile mecanice ale biocompozitului [Hed.09];

- c. biocompozite complet resorbabile - atât matricea cât și ranforsantul (fibre) sunt din biomateriale resorbabile în corp.

2.3 Domenii de utilizare ale biocompozitelor (sintetice)

Biocompozitele sunt utilizate într-o gamă largă de aplicații medicale: plăci osoase, cuie intramedulare, tije pentru proteze de șold, aplicații dentare etc., [Mig.04], [Mig.13], [Hed.09], [Liu.97]:

- fixator extern: rășină epoxidică/CF;
- plăci de fixare fracturi osoase, cuie, șuruburi: CF/rășini epoxidice; CF/PMMA; CF/PSU; CF/PP; CF/PE; CF/PBT;CF/PEEK; HA/PLLA; PLLA-fibre/PLLA; PGA-fibre/PGA
- chirurgia coloanei vertebrale: biosticlă /PU și /PSU; CF/PEEK; PET- fibre /Hydrogeluri;
- ciment osos: HA -particule /PMMA; bile mici de sticlă /PMMA/; aramidă /fosfat de calciu; CF, GF, PLGA- fibre/PMMA;
- cimenturi și aplicații dentare: particule anorganice /Bis-GMA/KF/PMMA;
- cupă acetabulară;CF/PEEK; KF/PE;
- tijă proteză de șold:CF-GF /PEI/CF/PEEK; CF/PSF;
- umplere osoasă, regenerare osoasă: TCP/Poly(polipropilen-fumarat PPF); HA/PEG-PBT-PLA; HA- fibre /PLGA; HA -particule /P(DLLA-CL); HA -particule /amidon;
- tendoane și ligamente: PET/hydrogeluri; UHMWPE- fibre /poliolefine ;
- grefe vasculare :poliuretan -fibre /PELA;
- protezare membre: CF,GF,KF /rășini epoxidice.

2.4 Caracteristicile biocompozitelor

Materialele biocompozite au trei principale grupe de caracteristici în funcție de care sunt selectate în construcția dispozitivelor medicale:

1. caracteristici chimice/biologice (siguranță biologică);
2. caracteristici fizice;
3. caracteristici mecanice/structurale.

Aceste caracteristici sunt determinate de următoarele principale categorii de factori :

- factori intrinseci ale proprietăților biomaterialului, numiți și factori de nivelul 1 [Ram.01];
- proprietățile de suprafață ale biomaterialului (factori de nivelul 2), [And.04.], [Vad.05];
- cerințele de comportament ale biomaterialului în aplicația medicală (factori nivelul 3) [Mit.13].

În cazul materialelor biocompozite, cele trei grupe de caracteristici, chimice/biologice,fizice și mecanice/structurale sunt determinate, în esență, de trei principali factori:

1. proprietățile constituenților biocompozitului (matrice și ranforsant);
2. proporțiile constituenților în biocompozit;
3. proprietățile interfeței dintre constituenți [Cru.10].

Fibrele de ranforsare ale biocompozitului intervin asupra proprietăților biocompozitelor prin următoarele principale modalități:

- caracteristicile constructiv -funcționale ale fibrelor de ranforsare: caracteristici de material; proprietăți fizică-chimice; proprietăți mecanice; caracteristici geometrice;
- modalitatea de amplasare a spațială în matricea biocompozitului;

- tipul încărcării fibrei în exploatarea biocompozitului;
- caracteristici tehnico-economice .

2.5 Metode și procedee de testare a materialelor biocompozite

Testarea materialelor biocompozite este efectuată în scopul determinării următoarelor principale caracteristici, [God.00], [McE.10]: 1. funcționalitatea (biocompatibilitatea); 2. proprietățile mecanice; 3. fiabilitatea materialului; 4. comportamentul (toleranța) la deteriorare (rupere); 5. comportament termic; 6. caracteristici estetice și ecologice. Diversele teste efectuate asupra materialelor biocompozite se încadrează în două principale categorii: 1. teste distructive (teste mecanice); 2. teste nondistructive, testare vizuală, testare ultrasonică, testare radiografică etc., [Gho.16], [Kap.13], [Djo.09].

Evaluarea biocompatibilității biocompozitelor se efectuează conform procedurilor descrise de standardul ISO 10993 [*Int.16], [*Bio.15], [*Ass.13]. Problematika este complexă vizând nu numai biomaterialul dar și dispozitivul medical care cuprinde biomaterialul respectiv.

Încercările pentru evaluarea caracteristicilor mecanice ale biocompozitelor constau în: (a) tensiune, (b) compresie, (c) duritate de indentare, (d) îndoire în consolă, (e) îndoire în trei puncte, (f) îndoire în patru puncte și (g) torsiune. Aceste încercări numite metode de testare sunt reglementate în diverse standarde, în funcție de categoria biocompozitului. Pentru testarea materialelor compozite cu matrice polimerică ranforsate cu fibre continue standardul USA ASTM are elaborat un standard ghid, ASTM 4762-11 [*D4762].

2.6 Concluzii

Materialele biocompozite (biocompozitele) sunt materialele compozite care sunt folosite în două principale domenii: în bioinginerie și în aplicații medicale fiind capabile să interacționeze armonios cu organismul viu, *in vivo*, și în diferite aplicații industriale - automobile, aeronautică, electronică etc. fiind constituite din biocompozite ecologice.

Biocompozitele sunt clasificate, în principal, după două criterii:

- a. după forma ranforsantului care poate fi din fibre (scurte sau lungi), whisker, particule etc.;
- b. după caracteristica de biodegradabilitate în corp, situație în care pot fi: a. biocompozite neresorbabile, b. biocompozite parțial resorbabile; c. biocompozite complet resorbabile.

Biocompozitele sunt utilizate în diverse aplicații medicale sub formă de plăci de fixare fracturi osoase, cuie, șuruburi, tije pentru proteze de șold, grefe vasculare, protezare membre etc.

Materialele biocompozite sunt caracterizate prin trei principale grupe de proprietăți:

- a. chimice/biologice;
- b. caracteristici fizice;
- c. caracteristici mecanice/structurale.

Aceste proprietăți sau caracteristici sunt analizate prin două categorii de teste: distructive (teste mecanice) și teste nondistructive. Testele mecanice ale biocompozitelor constau în încercări la tracțiune (întindere), compresiune, încovoiere, forfecare, forfecare interlaminară etc Condițiile de efectuare a acestor teste sunt reglementate prin norme și standarde.

OBIECTIVELE TEZEI

3.1. *Motivația tezei de doctorat*

În momentul de față, proiectarea dispozitivelor medicale din materiale biocompozite, necesită o analiză complexă în ceea ce privește procesele de proiectare, fabricare, condiții de testare a proprietăților mecanice ale materialelor din structura biocompozitelor. Deoarece, conceptul de biocompozit este înțeles ca aparținând compozitelor ecologice este motivată tema de doctorat prin prezentarea aspectelor specifice ale biocompozitelor utilizate în domeniul medical. Aceasta, cu atât mai mult cu cât anumite biocompozite ecologice alcătuite din faze cu proprietatea de biocompatibilitate și biofuncționalitate sunt utilizate în domeniul medical. În concluzie, tema de doctorat își propune să facă o trimitere precisă a biocompozitelor utilizate în dispozitivele biomedicale cât și în bioinginerie. Dată fiind marea diversitate a biocompozitelor utilizate în domeniul biomedical cât și dezvoltarea fără precedent a biomaterialelor mai ales în zone sensibile privind sănătatea umană, tema de doctorat este motivată prin delimitarea direcției de dezvoltare a fundamentelor experimentale cât și teoretice care vizează identificarea, definirea și relevanța obiectivelor biocompozitelor în condițiile în care pe plan național cât și internațional se manifestă preocupări intense în acest domeniu.

3.2. *Obiectivele tezei de doctorat*

În vederea rezolvării problemelor ce decurg din motivația tezei de doctorat s-au stabilit patru obiective majore de cercetare:

Primul obiectiv urmărește definirea sistemică a conceptului de material biocompozit utilizat în medicină și ingineria medicală în contextul a mării varietăți a materialelor compozite utilizate în diferite domenii sub conceptul de biocompozite.

Al doilea obiectiv constă în elaborarea unei metode de analiză a biomaterialelor sintetice utilizate în realizarea biocompozitelor. Metoda urmărește următoarele obiective subsidiare:

- ❖ studiul sistematic privind structura biomaterialelor din punct de vedere a caracteristicilor chimice;
- ❖ studiul sistematic și sintetic a utilizării biopolimerilor în construcția biocompozitelor;
- ❖ stabilirea caracteristicilor mecanice și economice ale utilizării biomaterialelor sintetice în realizarea biocompozitelor.

Al treilea obiectiv urmărește analiza biocompozitelor polimerice în varianta constructivă hibridă și în varianta constructivă formată din PLA – HA. În ambele direcții de cercetare se urmărește identificarea teoretică a caracteristicilor funcționale și mecanice determinate de structura acestor biocompozite.

Al patrulea obiectiv constă în alegerea metodelor specifice de testare a caracteristicilor mecanice și mecano-termice a biocompozitelor - polimerice hibride *interply* și polimerice PLA – HA. Totodată, se urmărește și prezentarea metodelor optime de realizare a acestor materiale biocompozite. Pentru cercetare experimentală cât și pentru producția de echipamente medicale.

PROPRIETĂȚILE MATERIALELOR BIOCOMPOZITE POLIMERICE

4.1 Noțiuni generale privind biocompozitele polimerice

Sunt compozite realizate dintr-o rășină polimerică (termorigidă sau termoplastă), cu rol de matrice, armată cu diverse categorii de fibre, metalice, organice, ceramice, etc., continue sau fragmentate, cât și cu materiale de umplură și aditivi (Tabelul 4.1). Aceste compozite se prezintă într-o mare diversitate constructivă și într-un volum ridicat de producție ce acoperă aproximativ 75% din piața mondială de compozite [Gra.07]. Uzual, compozitele cu matrice polimerică sunt clasificate în funcție de destinație, tipul armăturii și tipul rășinii.

Tabelul 4.1 Materiale folosite la fabricarea compozitelor cu matrice polimerică, după [Maz.02].

Material	Efectul indus	Natura	Polimerul folosit	Procentul %
Armare	Rigiditate, Comportament mecanic	Fibra de sticlă	Poliester	<30
		Fibre de carbon, aramidă	Epoxi	<50
Umplură	Reducerea costului și dilatării	Cretă, calc	Polipropilenă	<50
	Comportament la șoc și chimic	Silice, mică	Bachelită, uree formaldehitică, formaldehidă	<50
Plastifianți	Supete, reducerea fragilității	Fosfați, glicoli	PVC	<20
Stabilizanți	Comportament la UV	Săruri de Ba, Ca, Sn	PVC	<20
Antioxidanți	Oxidare O ₂ , O ₃	Aromatice fenolice	Polietilenă, polipropilenă, polistiren	<5
Coloranți	Aspect, stabilitate la lumină	Oxizi (Cd, Cr)	Totalitate	<1

Biocompozitele polimerice armate cu fibre au ca principale caracteristici, [Aga. 15], [Mor.07], [Mou.13]: o valoare ridicată a raportului rezistență mecanică/greutate; o valoare a raportului modulul armăturii și cel al matricei, cuprinsă în 10 ÷ 100; excelentă rezistență chimică și corozivă; o bună integritate structurală etc.

La elaborarea biocompozitelor polimerice se folosesc două mari familii de rășini: 1. rășini termorigide; 2. rășini termoplaste ce sunt caracterizate prin proprietăți specifice care determină o serie generală de proprietăți ale biocompozitelor polimerice, cunoscute în domeniu.

4.2 Proprietățile materialelor biocompozite polimerice

Materialul biocompozit este caracterizat printr-un ansamblu de proprietăți ce constau în rezistență mecanică, rigiditate, rezistența la rupere, rezistență la coroziune, greutate, biocompatibilitate, biodegradabilitate, bioactivitate etc. Acestea depind, într-o manieră complexă [Par.07], de proprietățile structurii, respectiv ale matricei și ranforsantului, și de condițiile de solicitare a structurii.

Studiul analitic a proprietăților fizice și mecanice se poate efectua folosind modele matematice din (micro)mecanica materialelor compozite [Jon.99], [Cut.09], [Cha.13.a] și teoria elasticității [Dan.06], [Har.99] și modele semiempirice [Cha.13.a], [Jon.99], [Ală.99], [Ift.04], [Vla.08]. În esență, aceste modele se bazează pe legarea proprietăților compozitului de proprietățile componentelor acestuia, într-un element de volum reprezentativ a compozitului, în condițiile în care biocompozitele, cele mai multe, se comportă ca un material anizotrop [Ală.99]. Pentru studiul proprietăților biocompozitelor polimerice se folosește pe larg analiza micromecanică.

Pentru simplificarea determinării analitice a proprietăților fizice și mecanice ale biocompozitului se apelează la cele mai simple structuri compozite reprezentate [Par.03], [Har.99], [Ift.04], [Cal. 01], [Duc.00] de modelele (aproximările) teoretice Voigt și Reuss. În aceste aproximări, structura biocompozitului este descrisă ca fiind formată din două faze reprezentate prin o matrice și un ranforsant din fibre (lamine sau particule) lungi orientate (Fig. 4.1), iar în cele două faze se dezvoltă o stare constantă de efort sau de deformare. Cele două modele au caracteristici specifice.

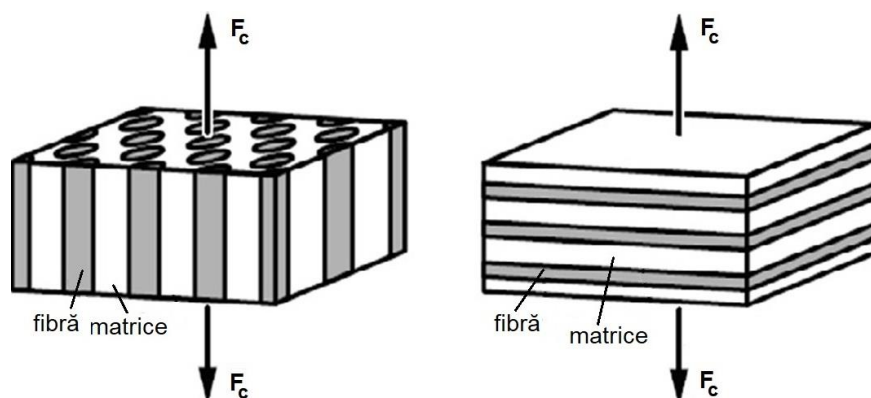


Fig. 4.1 Construcția biocompozitului armat cu fibre: a. modelul Voigt; b. modelul Reuss; F_c – forța de solicitare la tracțiune a biocompozitului, după Park și Bronzino [Par.03], Rösler et al. [Rös.07].

În cazul structurii Voigt (Fig. 4.1, a) se consideră [Cal. 01], [Par.03], [Rös.07]:

- fibrele (lamellele, particulele) sunt dispuse într-o conexiune în paralel, analog cu arcurile conectate în paralel și totodată paralel pe direcția de solicitare (la tracțiune) a forței F_c ;
- legătura în interfața fibră – matrice este foarte bună.

În structura Reuss (Fig. 4.1, b), fibrele (lamellele sau particulele) sunt dispuse într-o conexiune în serie prin analogie cu arcuri conectate în serie, [Rös.07] și perpendicular pe direcția de solicitare a forței F_c .

Pentru biocompozite, prezintă însemnătate două caracteristici ale biomaterialului, [Cal.01]: „rezistența specifică”, definită prin raportul dintre rezistența la tracțiune și greutatea specifică și „modulul specific” definit prin raportul între modulul de elasticitate și greutatea specifică.

Proprietățile fizice și mecanice ale biocompozitului armat cu fibre depind, într-o măsură însemnată, de două mărimi constructive ale structurii, [Ală.99], [Gay.07], [Cal.01], [*Mat.13]:

- procente masice sau volumice ale fibrelor și matricei;
- lungimea fibrei.

4.4 Procente masice și volumice

Procentele masice și volumice ale fibrelor pot fi stabilite cu formule plecând de la regula amestecului [Jwe. 12]; [Ală. 99], [Gay. 07]. Procentele masice ale fibrelor m_f și matricei m_m se definesc prin [Gay. 07]:

$$m_f = \frac{\text{masa fibrelor}}{\text{masa totală compozit}}, \quad (4.1)$$

$$m_m = \frac{\text{masa matricei}}{\text{masa totală compozit}}. \quad (4.2)$$

Între procentele masice m_f și m_m sunt stabilite dependențele:

$$m_f + m_m = 1, \text{ sau: } m_m = 1 - m_f; m_f = 1 - m_m. \quad (4.3-4.4)$$

Procentele volumice ale fibrelor v_f și matricei v_m se definesc cu relațiile [Gay. 07]:

$$v_f = \frac{\text{volumul fibrelor}}{\text{volumul total compozit}}, \quad (4.5)$$

$$v_m = \frac{\text{volumul matricei}}{\text{volumul total compozit}}. \quad (4.6)$$

Între procentele volumice v_m și v_f sunt stabilite dependențele:

$$v_f + v_m = 1, \text{ sau, } v_m = 1 - v_f; v_f = 1 - v_m. \quad (4.7-4.8)$$

În condițiile în care fibra de armare și matricea sunt caracterizate prin densitățile ρ_f și respectiv ρ_m , procentul masic m_f (rel. 4.1) și procentul volumic v_f (rel. 4.5) devin:

$$v_f = \frac{\frac{m_f}{\rho_f}}{\frac{m_f}{\rho_f} + \frac{m_m}{\rho_m}} \text{ și respectiv, } m_f = \frac{\frac{v_f}{\rho_f}}{\frac{v_f}{\rho_f} + \frac{v_m}{\rho_m}} \quad (4.9-4.10)$$

4.5 Lungimea fibrei

Armarea eficientă a biocompozitului cu fibre este influențată și de lungimea optimă a fibrei care trebuie să fie superioară unei lungimi minime numită lungime critică l_c . Sub această lungime, procesul de transfer a solicitării de la matrice către fibră devine ineficient. Mărimea lungimii critice este determinată de următorii parametri: diametrul fibrei d ; rezistența limită la rupere (rezistența de rupere) la tracțiune σ_v ; rezistența la forfecare a matricei τ_m . În aceste condiții, lungimea critică se determină cu relația, [Cal. 01]:

$$l_c = \frac{\sigma_v \cdot d}{2\tau_m}. \quad (4.11)$$

În vederea asigurării în structură a unei armării eficiente trebuie ca lungimea fibrei să fie superioară lungimii critice l_c . În mod curent, fibrele lungi trebuie să aibă lungimea nominală l la valori superioare lungimii critice în raportul $l > 15 l_c$ [Cal.01].

4.6 Proprietăți fizice

Densitatea biocompozitului, ρ_c se poate determina plecând de la relația generală a densității:

$$\rho_c = \frac{\text{masa totală compozit}}{\text{volumul total compozit}}, \quad (4.12)$$

sau

$$\rho_c = \frac{\text{volum fibră}}{\text{volumul total compozit}} \cdot \rho_f + \frac{\text{volum matrice}}{\text{volumul total compozit}} \cdot \rho_m, \quad (4.13)$$

deci,

$$\rho_c = v_f \cdot \rho_f + v_m \cdot \rho_m. \quad (4.14)$$

Cu ajutorul conductivităților termice ale fibrei $K_{tf} \cdot t_f$ și matricei $K_{tm} \cdot t_m$ poate fi obținută **conductivitatea termică longitudinală a compozitului**. Aceasta se calculează folosind regula amestecului, [Vla. 08], [Ift. 03]:

$$K_L \cdot t_L = K_{tf} \cdot t_f \cdot v_f + K_{tm} \cdot t_m \cdot v_m. \quad (4.15)$$

Coeficientul de dilatare termică longitudinală pentru compozitele ortotrope se obține din:

$$\alpha_{CLL} = \frac{E_f \cdot \alpha_f \cdot v_f + E_m \cdot \alpha_m \cdot v_m}{E_f \cdot v_f + E_m \cdot v_m}. \quad (4.16)$$

în care: E_f , E_m sunt modulele de elasticitate a fibrelor respectiv matricei și α_f , α_m – coeficienții de dilatare termică pentru fibră, respectiv matrice.

4.7 Caracteristicile elastice ale structurii

Caracteristicile elastice ale structurii compozitului sunt exprimate prin constantele elastice, [Ală.99]: modulul de elasticitate (Young) E_c și coeficientul contracției transversale (Poisson).

La compozitele armate cu fibre (lame) continue și orientate (Fig. 4.1) mărimile caracteristicilor elastice ale structurii biocompozitului sunt influențate de doi principali factori, [Par.03], [Cal.01], [Rös.07]:

- comportamentul elastic al matricei și fibrei în binomul solicitare – deformare;
- direcția de solicitare a structurii biocompozitului, paralelă sau perpendiculară pe direcția fibrei.

Cu ajutorul modelelor Voigt și Reuss se pot analiza caracteristicile elastice ale structurii biocompozitului la solicitarea de tracțiune în funcție de direcția fibrelor și de procentul lor.

În situația în care **structura Voigt** este solicitată cu o forță F_c , după o direcție paralelă cu direcția fibrei, au loc următoarele efecte, [Rös.07]:

- structura biocompozitului, fibrele și respectiv matricea sunt deformate elastic la fel „comportament isostrain”, adică deformațiile acestora ε_c , ε_f și ε_m sunt identice:

$$\varepsilon_c = \varepsilon_m = \varepsilon_f. \quad (4.17)$$

- eforturile în structură σ_c , în fibre σ_f și în matrice σ_m sunt diferite:

$$\sigma_c \neq \sigma_m \neq \sigma_f. \quad (4.18)$$

În conexiunea în paralel a fibrelor (asemănător arcurilor) forța de solicitare a compozitului F_c este descrisă cu relația [Cal. 01]:

$$F_c = F_m + F_f. \quad (4.19)$$

în care F_c , F_m și F_f reprezintă forța de solicitare a structurii (biocompozitului), a fibrelor și respectiv a matricei.

Pe baza relației $F = \sigma \cdot A$, în care σ este efortul de solicitare iar A este aria secțiunii transversale pe care se aplică perpendicular forța de solicitare F , relația (4.19) devine [Rös.07]:

$$F_c = \sigma_c \cdot A_c = \sigma_m \cdot A_m + \sigma_f \cdot A_f, \quad (4.20)$$

în care A_c , A_m și A_f reprezintă suprafața secțiunii transversale a biocompozitului, matricei și fibrei pe care se aplică forța F_c . Relația (4.20) poate fi scrisă sub forma, [Cal. 01]:

$$\sigma_c = \sigma_m \cdot \frac{A_m}{A_c} + \sigma_f. \quad (4.21)$$

Pentru lungimi egale ale biocompozitului, matricei și fibrelor se poate scrie echivalarea:

$$V_m = V_f. \quad (4.22)$$

Ca urmare relația (4.21) devine:

$$\sigma_c = \sigma_m \cdot v_m + \sigma_f \cdot v_f. \quad (4.23)$$

În condițiile relației (4.17), relația (4.23) are reprezentarea:

$$\alpha_{CL} = \frac{E_f \cdot \alpha_f \cdot v_f + E_m \cdot \alpha_m \cdot v_m}{E_f \cdot v_f + E_m \cdot v_m}, \text{ deoarece } \frac{\sigma_c}{\varepsilon_c} = E_{C(L)}; \quad \frac{\sigma_m}{\varepsilon_m} = E_m; \quad \frac{\sigma_f}{\varepsilon_f} = E_f, \quad (4.24, 4.25)$$

în care: E_c reprezintă modulul de elasticitate a biocompozitului (structurii) pe o direcție paralelă cu direcția fibrei; E_m este modulul de elasticitate a matricei și E_f , modulul de elasticitate a fibrei. Relația (4.24) are reprezentarea:

$$E_{C(L)} = E_m \cdot v_m + E_f \cdot v_f, \text{ sau, } E_{C(L)} = E_m \cdot (1 - v_f) + E_f \cdot v_f \Leftrightarrow \quad (4.26, 4.27)$$

$$E_{C(L)} = E_m \cdot \left[1 + v_f \left(\frac{E_f}{E_m} - 1 \right) \right]. \quad (4.28)$$

Relația (4.28) evidențiază variația liniară a modulului de elasticitate E_c în funcție de procentul volumic v_f a fibrelor. În figura 4.2, a se ilustra grafic această variație.

În cazul **structurii Reuss**, fibrele sunt dispuse perpendicular pe direcția de solicitare (la tracțiune) a forței F_c . În această situație, solicitarea structurii cu forța F_c generează același efort atât în biocompozit (σ_c) cât și în matrice (σ_m) și respectiv fibre (σ_f) dar deformații diferite în acestea adică în biocompozit (ε_c), matrice (ε_m) și fibre (ε_f), [Cal. 01], [Rös. 07].

Analitic, aceste efecte, comportament "isostress", sunt descrise prin următoarele expresii:

$$\sigma_c = \sigma_m = \sigma_f, \quad \varepsilon_c \neq \varepsilon_m \neq \varepsilon_f. \quad (4.29, 4.30)$$

Folosind regula amestecului, deformarea totală ε_c a biocompozitului este exprimată cu relația:

$$\varepsilon_c = \varepsilon_m \cdot v_m + \varepsilon_f \cdot v_f. \quad (4.31)$$

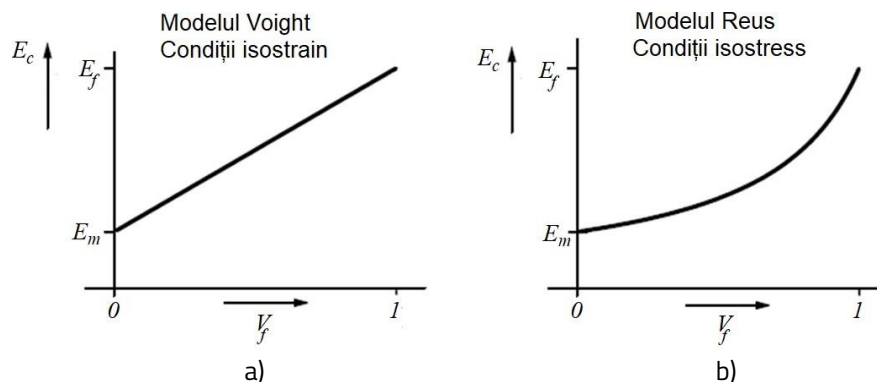


Fig. 4.2 Dependenta modului lui Young a biocompozitului armat cu fibre (lamelle) de procentul volumic al fibrelor V_f : a. solicitare în direcție longitudinală, în lungul fibrei; b. solicitare în direcție transversală, perpendiculară pe fibră, după Rösler et al. [Rös.07]

Pe baza expresiei comportamentului elastic a unui material, $\varepsilon = \sigma / E$, relația (4.31) devine:

$$\frac{\sigma_c}{E_{c(M)}} = \frac{\sigma_m}{E_m} \cdot v_m + \frac{\sigma_f}{E_f} \cdot v_f, \quad (4.32)$$

în care $E_{c(M)}$ reprezintă modulul de elasticitate a structurii (biocompozitului) în direcția transversală OM de solicitare (Fig. 4.1, b). Relația (4.32) poate să aibă reprezentările:

$$E_{c(M)} = \frac{E_m E_f}{E_f \cdot v_m + E_m \cdot v_f}, \text{ sau, } E_{c(M)} = \frac{E_m}{1 + v_m \left(\frac{E_m}{E_f} - 1 \right)}. \quad (4.33, 4.34)$$

Relația (4.34) evidențiază variația neliniară a modului de elasticitate E_c în funcție de procentul volumic v_f a fibrelor. În figura 4.2, b se prezintă sub formă grafică această variație. Se observă, în acest caz, o creștere diminuată a modului de elasticitate comparativ cu situația din structura Voigt.

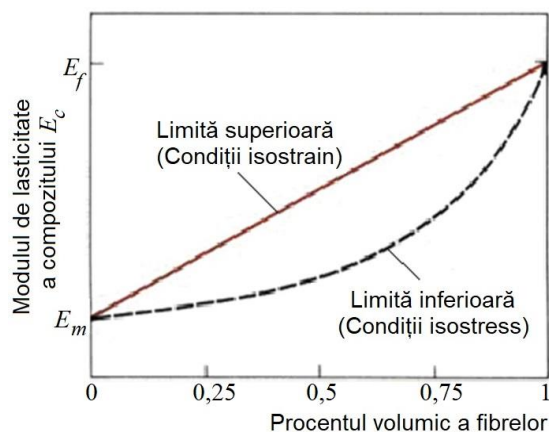


Fig. 4.3 Dependenta dintre modulul de elasticitate la tracțiune a compozitului E_c și procentul volumic a fibrelor pentru modelele Voigt (condiții isostrain) și respectiv Reuss (condiții isostress), după Callister [Cal. 01]

Modelele Voigt și Reuss estimează două limite extreme, una superioară (Voigt) și alta inferioară (Reuss) în care trebuie să se încadreze modulul de elasticitate a unui biocompozit cu o geometrie variabilă a fazei de armare. În figura 4.3 se prezintă variația modului de elasticitate a biocompozitului în funcție de procentul volumic a fibrelor în cazul modelelor Voigt și respectiv Reuss.

Domeniul cuprins între cele două limite este cu atât mai mare cu cât cele două module de elasticitate corespunzătoare diferă (valoric) mai mult între ele.

Modulul de forfecare se determină în sistemul de referință LT (Fig. 4.4) cu relația [Ală. 97]:

$$G_{LT} = \frac{G_m G_f}{G_f \cdot \nu_m + G_m \cdot \nu_f}, \quad (4.35)$$

în care G_m este modulul de elasticitate transversal al matricei iar G_f este modulul de elasticitate transversal al fibrei.

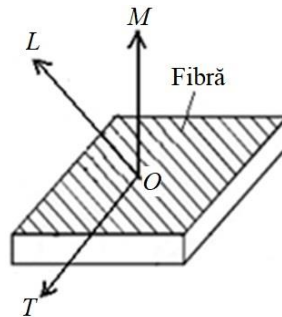


Fig. 4.4 OLTM-sistem de referință aparținând laminei de biocompozit

În general $G_f > G_m$. Prin urmare modulul de forfecare G_{LT} este determinat, în principal, de modulul de forfecare a matricei [Ală. 97], deci:

$$G_{LT} = \frac{G_m}{\nu_m}. \quad (4.36)$$

Coeficientul lui Poisson ν_{LT} se determină, în sistemul de referință LTM, cu regula amestecului, [Ală. 97]:

$$\nu_{LT} = \nu_m \cdot \nu_m + \nu_f \cdot \nu_f, \quad (4.37)$$

în care ν_m și ν_f sunt coeficienții lui Poisson pentru matrice și respectiv fibre.

Pe baza modelării, folosind teoria elasticității, se poate determina modulul longitudinal Young a biocompozitului cu relația, Iftekhhar [Ift.03]:

$$E_{LC} = \frac{\left[2(\nu_f - \nu_m)^2 E_f \cdot \nu_f \cdot E_m \cdot \nu_m \right]}{\left\{ E_m \cdot \nu_m (1 - \nu_f - 2\nu_f^2) + E_f \left[\nu_f (1 - \nu_m - 2\nu_m^2 + (1 - \nu_m)) \right] \right\}} + E_m + (E_f - E_m) \cdot \nu_f. \quad (4.38)$$

BIOCOMPOZITE POLIMERICE HIBRIDE

5.1 Definiții și clasificare

Termenul „compozit hibrid” (biocompozit hibrid) este relativ nou și desemnează un compozit la care matricea sau componenta de armare este formată din cel puțin două tipuri distincte de materiale prin compoziție chimică, proprietăți mecanice, proprietăți fizice sau formă de prezentare, [Har.99.a], [Dur.05], [Kis.14]. Compozitele hibride sunt întâlnite sub următoarele tipuri de bază:

- hibrid „aleatoriu” la care fibrele de armare sunt amestecate la întâmplare peste tot în matricea compozitului, fără a fi vreun procent masic (volumic) preferențial la oricare din fibre;
- hibrid „inter-ply” (Fig. 5.1, a) ce constă dintr-o suită de straturi de natură distinctă ordonate într-o secvență specifică (strat cu strat);

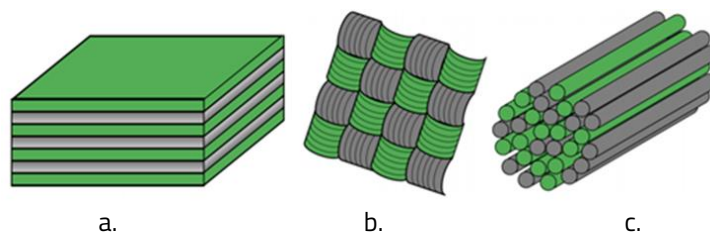


Fig. 5.1 Cele trei configurații principale hibride: a. inter-ply (interlayer) sau strat cu strat; b. intra-ply (intralayer) sau fire-fire; c. intra-fire sau fibre-cu-fibre, după [Swo.14].

- compozit hibrid „intra-ply” (intralayer) (Fig. 5.1, b) constă din combinarea (ordonată) în stratul de compozit de mai multe fibre de natură diferită, fie sub formă de țesătură sau de împletitură. Fiecare strat din compozit poate fi de aceeași natură sau diferită;
- compozit hibrid inter-ply: intra-ply, în care hibridii inter-ply și intra-ply sunt așezați într-o secvență specifică;
- compozit hibrid cu ranforsare selectivă;
- stratificat hibrid „super hibrid” format din straturi hibride și foi metalice.

În mod curent, termenul de compozit hibrid se referă la un compozit care conține într-o singură matrice diferite amestecuri de componente de armare: metalice (sau lamele subțiri sau particule), fibre de sticlă, carbon, kevlar, fibre naturale etc. [Har.99.a], [Kis.14], [Joh.08].

În momentul de față, se poate folosi o mare varietate de fibre sintetice și sau naturale pentru faza de armare și materiale metalice sau ceramice pentru matrice [Dur.05]. Combinarea sinergică dintre proprietățile diferitelor componente de armare și proprietățile materialului matricei conduce la obținerea unor proprietăți unice ale compozitului hibrid. Biocompozitelor hibride au faza de armare și matricea realizate din biomateriale.

Varianta curentă este biocompozitul polimeric armat cu fibre (FRP) ce conține cel puțin două tipuri distincte de fibre de armare, de ex. din carbon, sticlă, bor, kevlar etc. înglobate într-o singură rășină polimerică termorigidă (epoxi, poliesteri, vinilesteri, fenolici, poliamide (PA) și bismaleimide IMC) sau

termoplastă (polipropilenă (PP), fluorură de poliviniliden (PVDF), polimetilmetacrilat (PMMA, cunoscut și sub denumirea de acril), polifenilen sulfură (PPS), polieter eterketonă (PEEK), polieterimidă (PEI) și polietercetonă cetona (PEKK)) [Ngu.10].

Varianta de biocompozit hibrid epoxi armat cu fibre carbon CF și fibră sticlă GF este apreciată ca urmare a proprietăților fazelor constitutive [Ahm.13] ca fiind cea mai benefică pentru aplicații structurale și pentru aplicații medicale. În scopul obținerii unor proprietăți optime (de echilibru) este necesar alegerea unor anumite procente din fibrele de carbon și respectiv de sticlă în condițiile unei matrice epoxidice date. În figura 5.4 se prezintă condițiile de graniță ale acestor procente pentru o sollicitare medie a compozitului hibrid epoxi. În figură sunt prezentate condițiile de comportament la stres a compozitului hibrid în următoarele variante: A – rezistența la tracțiune a materialului compozit epoxi integral din fibră de sticlă; D -rezistența la tracțiune a materialului compozit epoxi integral din fibră de carbon; linia AC- linia de echilibru la stres a compozitului hibrid epoxi; linia BD – ilustrează posibilitatea cedării fazei din fibră de carbon odată cu creșterea procentuală în compozit; Zona I – rezistența la rupere a compozitului hibrid este dată de proprietățile fibrei de sticlă; Zona II – rezistența la rupere a compozitului hibrid este dată de proprietățile fibrei de carbon.

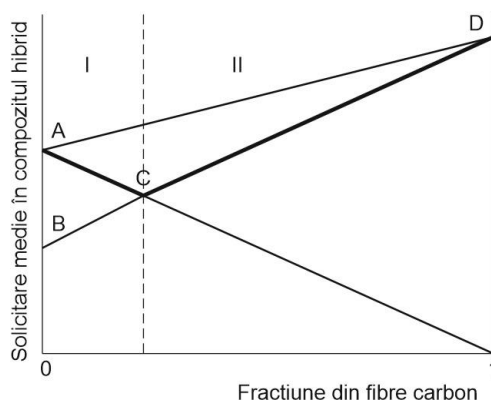


Fig. 5.4 Rezistența compozitului hibrid format din fibre de carbon, fibre de aticlă și rășină.

5.2 Proprietăți

Din punct de vedere a proprietăților, bicompozitele hibride, și în general compozitele hibride au avantaje specifice față de biocompozitele convenționale sub aspectul proprietăților mecanice, rigidității (echilibrată), stabilitate la distorsiune termică etc. [Ahm.13].

În cazul biocompozitului hibrid realizat din fibre de carbon și fibre de sticlă înserate într- o rășină polimerică (epoxi) se manifestă un efect sinergic între rezistența ridicată și rigiditatea relativ mare a fibrei de carbon și rigiditatea scăzută a fibrelor de sticlă, în vederea obținerii caracteristicilor de rezistență a biocompozitului, ce este fabricat la un preț de cost redus comparativ cu biocompozitele realizate cu o sinură fază de armare. Sistemic, proprietățile unui biocompozit hibrid polimeric armat cu fibre de carbon și fibre de sticlă depind de un ansamblu de factori între care [Raj.20], [Pan.09], [Miw.86]: volumele masice și caracteristicile individuale de calitate ale fibrelor de, gradul de dispersie și de aranjare a fibrelor de armare în matricea comună, procentul masic (volumic) relativ a tipului de fibră în cadrul matricei, efectul hibrid sau efectul sinergic privind răspunsul „solicitare-deformare” la încărcarea mecanică a compozitului hibrid, caracteristicile de calitate ale interfeței fibră-matrice etc. În general, compozitele hibride polimerice sunt anizotrope.

METODE DE TESTARE EXPERIMENTALĂ A MATERIALELOR BIOCOMPOZITE

6.1 Categoriile de materiale biocompozite testate experimental

În lucrare, sunt analizate experimental comportamentele mecanice ale biocompozitelor:

- ❖ hibrid polimeric tip „inter-ply” cu matrice din rășină epoxi, armată cu fibră mat de sticlă și cu țesătură simplă de fibră de carbon. Biocompozitul a fost realizat în Centrul de cercetare a Universității Politehnicii din Valencia, Alcoy, Alicante, Spania;
- ❖ cu matrice PLA armat cu hidroxiapatită. Materialul biocompozit a fost realizat în Centrul de cercetare a Universității Politehnice din Valencia, Spania;
- ❖ biocompozit sub formă de fir cu matrice PLA armat cu hidroxiapatită, material obținut din Centrul de cercetare a Universității Politehnice din Valencia, Spania.

6.2 Tipuri de teste experimentale folosite în cercetarea experimentală

Cercetarea experimentală constă în determinarea proprietăților mecanice ale materialelor biocompozite la tracțiune emonoaxială și încovoiere cât și analiză termică. Cercetările mecanice la tracțiune și încovoiere au fost efectuate în două centre de cercetare de la Universitatea Politehnică din Valencia, Spania (biocompozit hibrid polimeric tip „inter-ply” cu matrice din rășină epoxi, armată cu fibră mat de sticlă și cu țesătură simplă de fibră de carbon și respectiv biocompozitul cu matrice PLA armat cu hidroxiapatită) și la Universitatea Transilvania din Brașov, România (biocompozitul sub formă de fir cu matrice PLA armat cu hidroxiapatită). Analiza termică a fost efectuată la biocompozit hibrid polimeric tip „inter-ply” cu matrice din rășină epoxi, armată cu fibră mat de sticlă și cu țesătură simplă de fibră de carbon, la Universitatea Politehnică din Valencia, Spania.

Pentru efectuarea încercărilor au fost folosite epruvete cu forme și dimensiuni corespunzătoare normelor specifice din domeniu. Pentru fiecare test de încercare experimentală s-au folosit câte cinci epruvete, iar rezultatele experimentale au fost prelucrate statistic. În figura 6.1 se prezintă schema etapelor de cercetare experimentală.

6.3 Materialul biocompozit hibrid polimeric tip „inter-ply”

Materialul biocompozit este compus din: țesătură mat de sticlă GF, țesătură simplă din fibră de carbon CF, rășină epoxidică, întăritor și agent de eliberare. Structura materialului biocompozit hibrid a fost variată prin următoarele aranjamente ale celor două straturi de materiale de armare (Fig.6.3):

- a. biocompozit format din trei straturi de elemente de armare CF:GF cu succesiunea: [CF / GF /CF];
- b. biocompozit format din cinci straturi de elemente de armare CF:GF în următoarele succesiuni: 1. [CF/GF/CF/GF/CF] și 2. [CF/CF/GF/CF/CF].

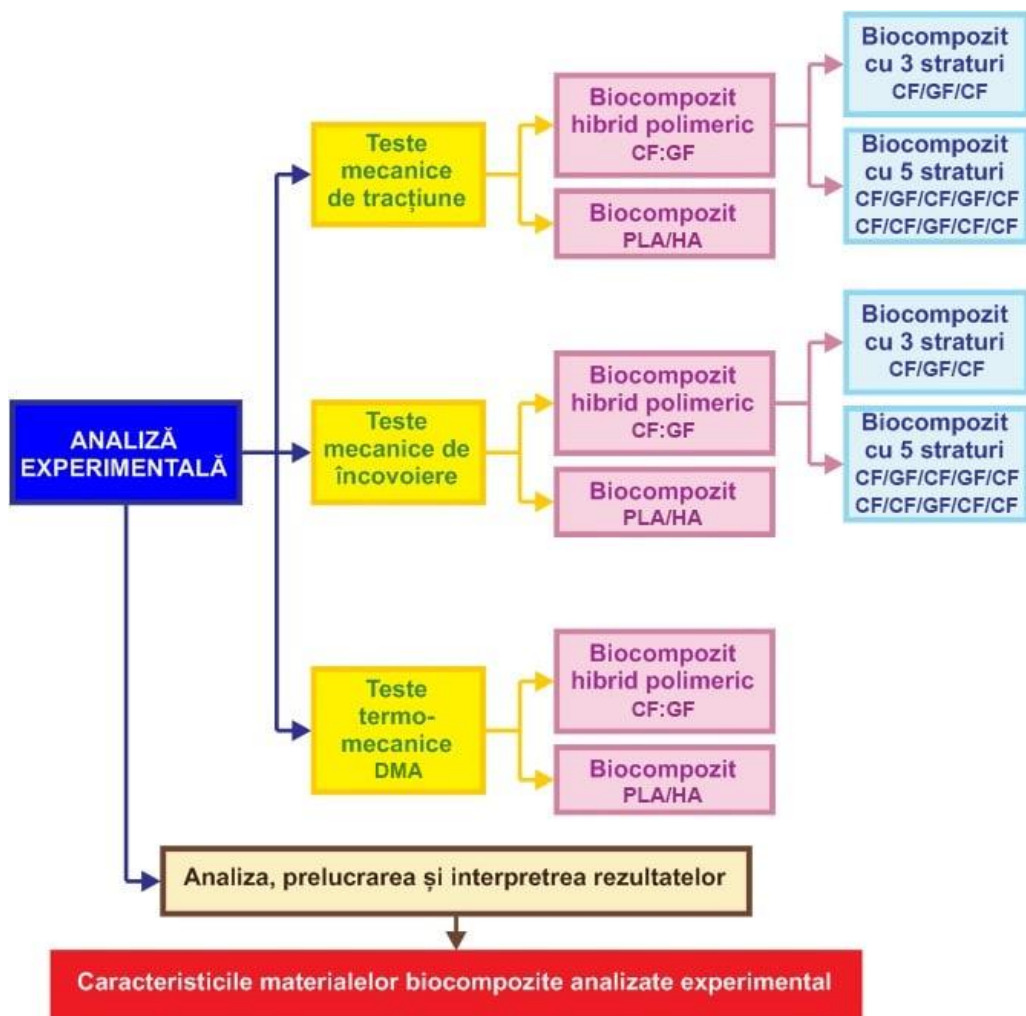


Fig. 6.1. Metodologia de analiză experimentală a materialelor biocompozite: biocompozit hibrid polimeric C:G și biocompozit PLA/HA.




Numărul de straturi de armare CF : GF	Ordinea de araniare a straturilor de armare CF : GF în compozitul hibrid
CF : GF = 2 : 1	 [CF/GF/CF]
CF : GF = 3 : 2	 [CF/GF/CF/GF/CF]
CF : GF = 4 : 1	 [CF/CF/GF/CF/CF]

Fig. 6.3. Compoziția și structura biocompozitului polimeric hibrid CF:GF tip „Interlayer” folosit în cercetarea experimentală.

În cercetarea experimentală s-au realizat plăci de material biocompozit de 300x250 mm. S-a folosit o metodică de lucru bazată pe tehnicile „Liquid resin Infusion ” LRI” și „Vacuum infusion” [*Vac.17], [21], [*Gui.17] cu care constă într-o succesiune de etape de lucru prezentate mai jos.

1. alegerea, dimensionarea și pregătirea foliei antiaderente :
 - a. curățirea și uscarea mesei de vidare;
 - b. decuparea și curățirea unei folii antiaderente și poziționarea pe masa de lucru;
2. configurarea pe masa de lucru a zonei pentru instalația de vidare:
 - a. trasarea și marcarea pe masa de lucru a conturului zonei pentru echipamentul de vidare ;
 - b. etanșarea conturului pentru echipamentul de vidare;
 - c. poziționarea pe masa de lucru a foliilor antiaderente în zona de vidare;
3. configurarea pe masa de lucru a echipamentului de vidare :
 - a. poziționarea în interiorul zonei de vidare a tubului flexibil pentru vidare;
 - b. lipirea pe masă a tubului flexibil pentru vidare și racordarea la pompa de vidare;
4. pregătirea echipamentului de vidare :
 - a. echiparea cu racorduri a tubului flexibil de vidare;
 - b. racordarea tubului flexibil de vidare la pompa de vidare;
 - c. pregătirea pompei de vidare;
5. realizarea stratificatelor uscate pentru masa de lucru echipată cu folia antiaderentă :
 - a. măsurarea și decuparea la dimensiune a țesăturilor din fibră de sticlă și de carbon pentru realizarea stratificatului;
 - b. stivuirea configurațiilor armăturilor compozitului hibrid „uscat” (Fig.6.3) cu trei și respectiv cinci straturi (Fig. 6.11, a și b);

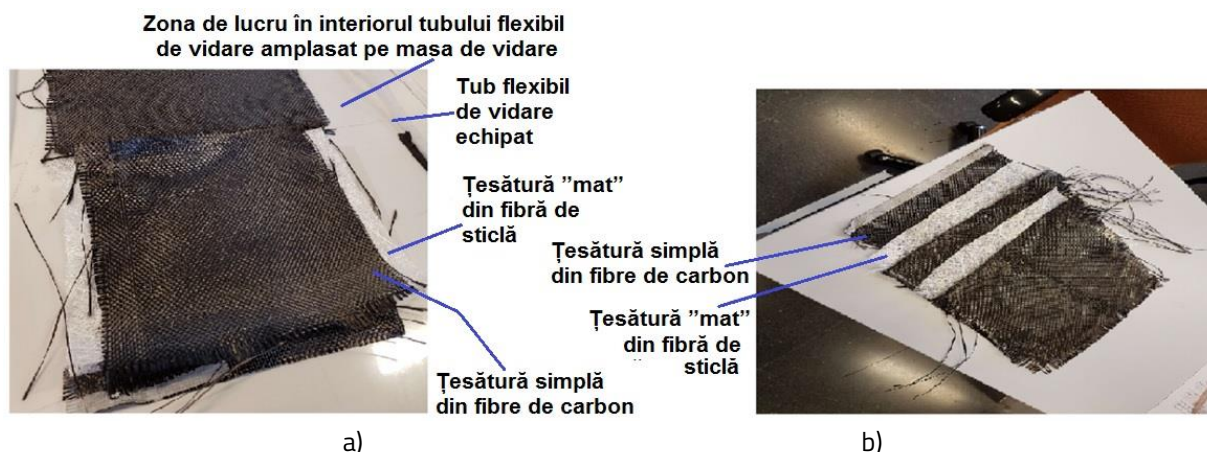


Fig. 6.11. Realizare compozit hibrid (stratificat) uscat.

6. Amplasarea peste stratificatul uscat a foliei de drenare „peel ply”;
7. Poziționarea racordului pentru infuzare peste folia de drenare;
8. Pregătirea pentru comprimarea compozitului (stratificatului) hibrid prin vidare :
 - a. amplasare folie („sac”) de vidare peste compozitul hibrid „uscat”;
 - b. etanșarea ansamblului masă de lucru cu echipamentul de vidare + compozit hibrid „uscat”;
9. vidarea compozit hibrid „uscat”:

- a. racordarea ansamblului de vidare la pompa de vidare;
 - b. vidarea compozit hibrid „uscat” sub folia de vidare;
10. preparare rășină epoxi pentru infuzare compozit hibrid „uscat” vidat :
- a. dozare rășină epoxi;
 - b. amestecare rășină la temperatura mediului de lucru;
11. infuzare rășină lichidă, la temperatura ambiantă:
- a. conectarea la racordul pentru infuzare, aflat sub folia de vidare și deasupra foliei „peel ply”;
 - b. infuzarea compozitului hibrid (stratificatului) cu rășină lichidă la temperatură ambiantă;
 - c. finalizarea și oprirea procesului de infuzare (Fig. 6.21);



Fig. 6.21. Oprește infuzare cu rășină a compozitului hibrid „uscat” vidat.

12. dezmembrarea instalației de infuzare de pe masa de lucru;
- 13 obținerea plăcilor dreptunghiulare de stratificat hibrid CF :GF cu trei și respectiv cinci straturi de elemente de armare din țesături sticlă și din carbon (Figura 6.23).

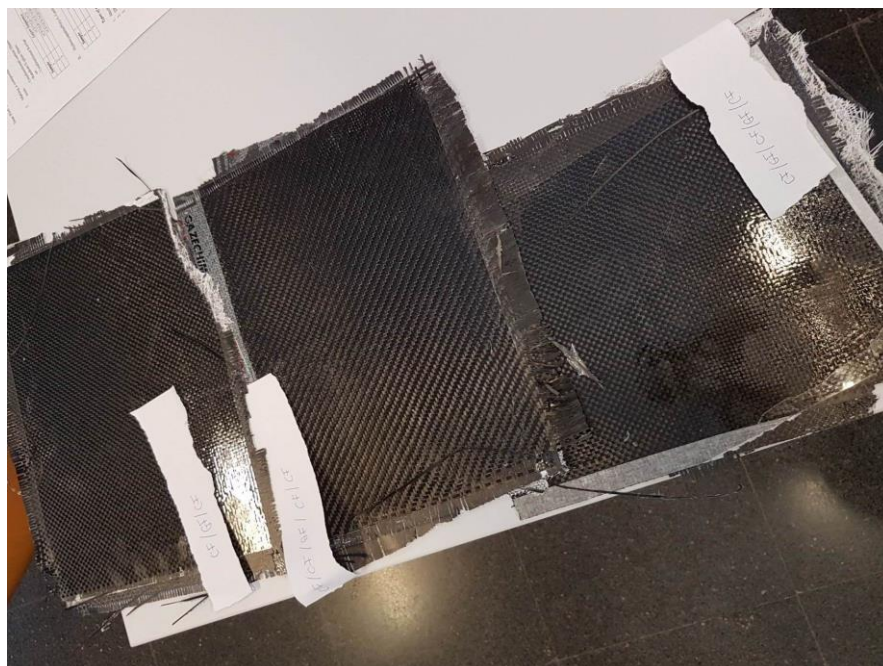


Fig. 6.23. Plăci de biocompozit hibrid tip „interlay” cu matrice din rășină epoxi armată cu țesătură din fibră de sticlă „mat” și țesătură simplă din fibre de carbon.

6.4 Determinarea proprietăților mecanice ale materialului biocompozit hibrid C:D tip „interlay

Pentru efectuarea încercărilor mecanice la tracțiune și respectiv la încovoiere s-au folosit epruvete care au fost debitate din plăcile de biocompozit hibrid tip CF:GF tip „Interlayer”, cu un echipament de debitat „Masonry Saw Husqvarna TS 300 E” cu disc diamantat cu diametrul $D = 200$ mm, lățimea $B = 3$ mm și turația $n = 2000$ rot/min. Discul de diamant este folosit și la debitarea epruvetelor din plăci de materiale biocompozite hibride polimerice armate cu fibre naturale.

Pentru evaluarea proprietăților mecanice ale epruvetelor a fost utilizată o mașină de testare universală electromecanică tip ELIB 50, cu o celulă de încărcare de 5 kN. Pentru *solicitările la tracțiune* s-au folosit epruvete cu forma și dimensiunile (Tabelul 6.4) conforme cu standardul ASTM D3039/D3039M-17 [*D3039], [*Com.16] și capabilității mașinii de încercat mecanic ELIB 50. În aceste condiții, epruvetele sunt realizate fără taloane (Fig. 6.26).

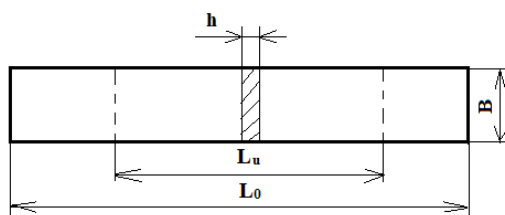


Fig. 6.26. Forma și dimensiunile epruvetei pentru încercarea la tracțiune.

Tabelul 6.4 Dimensiuni epruvetă pentru tracțiune compozit hibrid „C : D” tip „Interlayer”

Tip epruvetă (Fig. 6.26)	Lungime totală L_0 mm	Lungime utilă L_u mm	Lățime B mm	Grosime g mm
Tip CF:GF = 2:1	150 ± 02	60	20 ± 05	1 ± 02
Tip CF:GF = 3:2	150 ± 02	60	20 ± 01	$1,3 + 0,05$
Tip CF:GG = 4:1	150 ± 02	60	20 ± 05	$1,2 + 0,1$

Pentru fiecare din cele trei categorii de material biocompozit hibrid CF:GF (un material biocompozit cu trei straturi CF/GF/CF și două materiale biocompozite cu cinci straturi CF/GF/CF/GF/CF și CF/CF/GF/CF/CF) s-au debitat și pregătit câte trei seturi de cinci epruvete (Fig. 6.27, Fig. 6.28 și Fig. 6.29), număr limită, (din condiția unei distribuții statistice normale) folosit în mod curent în cercetările experimentale și din domeniul materialelor compozite și biocompozite [Jag.15.1].

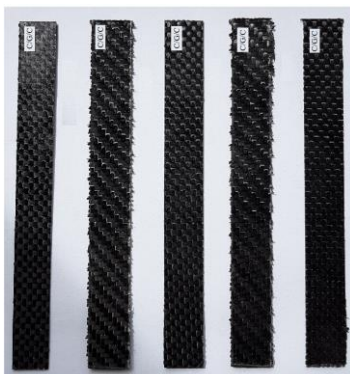


Fig. 6.27. Set de cinci epruvete CF/GF/CF.

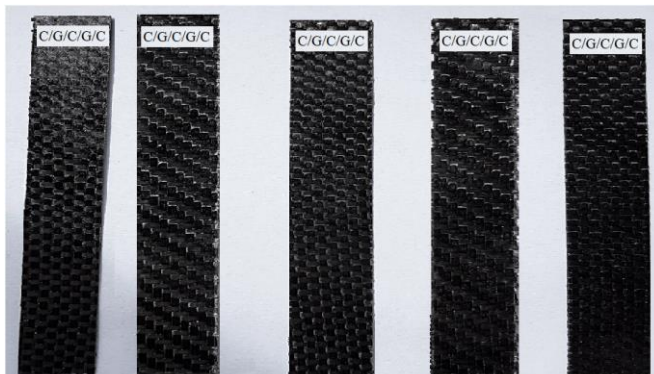


Fig. 6.28. Set de cinci epruvete CF/GF/CF/GF/CF

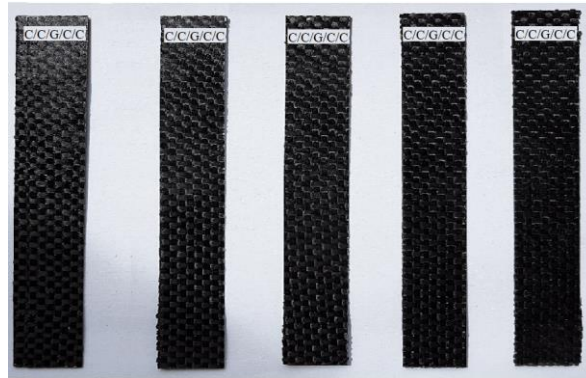


Fig. 6.29. Set de cinci epruvete CF/CF/GF/CF/CF

Epruveta este poziționată în cele două fălci ale bacurilor instalației, în poziția de lucru corespunzătoare privind alinierea cu axa mașinii de încercat (Fig. 6.30). După instalarea epruvetei și echiparea și reglarea mașinii la condițiile de solicitare la tracțiune (Fig. 6.31) are loc solicitarea standard de tracțiune cu o viteză de lucru constantă de 5mm/min. Solicitarea are loc la temperatura incintei de încercare de 20°C ±2°C. Procedura de încercare la tracțiune durează până în momentul ruperii epruvetei.



Fig. 6.30. Modul de fixare a epruvetei pe mașina de testare universală electromecanică tip ELIB 50.

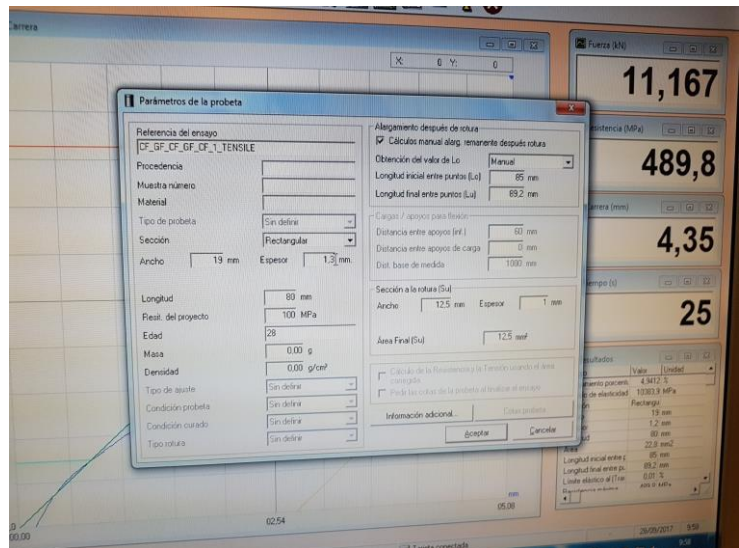


Fig. 6.31. Exemplu de reglare la tracțiune a mașinii de testare universală electromecanică tip ELIB 50 în cazul epruvetei CF/GF/CF/GF/CF.

În urma cercetării experimentale la tracțiune a epruvetelor din materialul biocompozit hibrid polimeric CF:GF tip „Interlayer” s-au obținut rezultatele experimentale privind proprietățile biocompozitului. Pentru exemplificare, în figurile 6.33 și 6.36 sunt redată diagramele forță-deplasare pentru prima epruvetă CF/GF/CF, și respectiv, diagramele cumulative pentru primele trei epruvete, iar în tabelul 6.5 regăsim sinteza rezultatelor la solicitarea la tracțiune pentru toate cele cinci epruvete cu această configurație. În mod analog, sunt redată în figurile 6.37 și 6.40 și în tabelul 6.6 se regăsesc aceleași rezultate pentru epruvetele CF/GF/CF/GF/CF. În figurile 6.41 și 6.46 și în tabelul 6.7 se regăsesc aceleași rezultate pentru epruvetele CF/CF/GF/CF/CF.

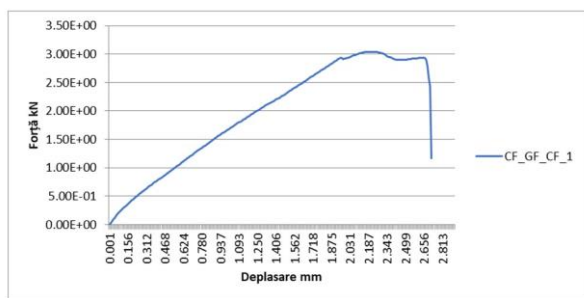


Fig. 6.33. Diagrama de solicitare la tracțiune a biocompozitului hibrid polimeric CF:GF epuvetă CF/GF/CF.

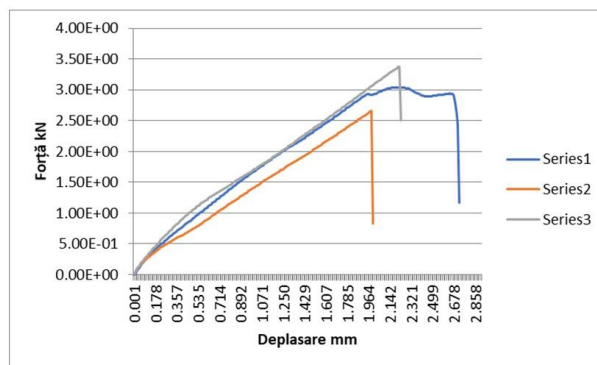


Fig. 6.36 Diagrame „Forță-deplasare” la solicitarea de tracțiune a compozitului CF/GF/CF.

Tabelul 6.5 Valori ale comportamentului compozitului CF/GF/CF la solicitarea la tracțiune.

Tensile - CF_GF_CF								
Caracteristici	u.m.	Ep.1	Ep.2	Ep.3	Ep.4	Ep.5	Media	Abaterea standard
Alungirea la rupere	%	46.988	27.108	29.518	30.410	28.200	32.4448	8.226
Modulul de elasticitate (E)	MPa	9973.7	8187.5	11675.4	9810.4	9910.4	9911.48	1234.667
Secțiune		Rectangular					-	-
Lățime	mm	19.5	19.5	19.5	19.5	19.5	-	-
Grosime	mm	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	-	-
Lungime	mm	80	80	80	80	80	-	-
Aria secțiunii	mm ²	15.6	15.6	15.6	15.6	15.6	-	-
Lungimea inițială (Lo)	mm	83	83	83	83	83	-	-
Lungime finală (Lu)	mm	86.90	85.25	85.45	86.73	86.70	-	-
Lîmite elastice la tracțiune	%	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	-	-
Rezistența maximă	MPa	195.0	170.2	216.5	200.5	180.9	192.62	17.874
Alungirea limită la tracțiune	%	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	-	-
Rezistența la tracțiune (Rm)	MPa	195.0	170.2	216.5	200.1	180.5	192.46	17.897
Limite de elasticitate (Rp)	MPa	40.0	32.0	48.2	39.1	39.7	39.8	5.743
Aria secțiunii de rupere (Su)	mm ²	12.5	12.5	12.5	12.5	12.5	-	-
Forța maximă	kN	3.041	2.654	3.377	3.514	3.601	3.2374	0.389

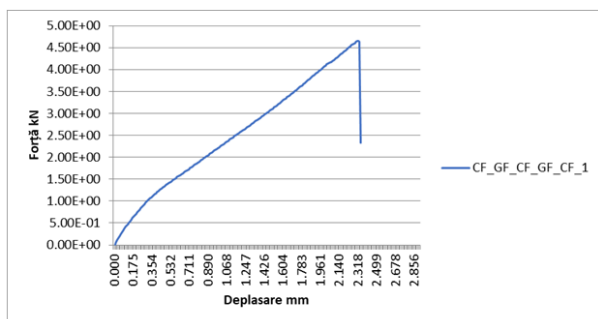


Fig. 6.37. Diagrama Forță-deplasare la solicitarea de tracțiune a compozitului CF/GF/CF/GF/CF.

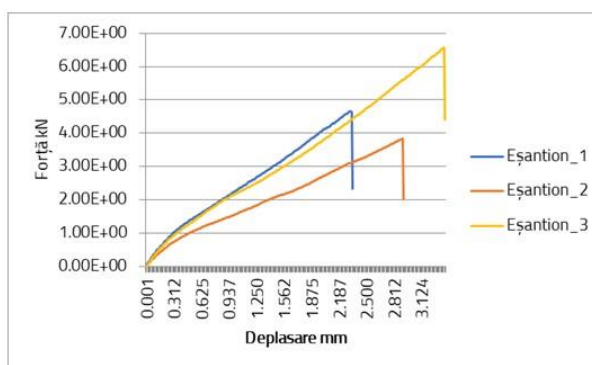


Fig. 6.40. Diagrame Forță-deplasare la solicitarea de tracțiune a compozitului CF/GF/CF/GF/CF.

Tabelul 6.6 Valori ale comportamentului compozitului CF/GF/CF/GF/CF la solicitarea la tracțiune.

Tensile - CF_GF_CF_GF_CF								
Caracteristicas	u.m.	Ep.1	Ep.2	Ep.3	Ep.4	Ep.5	Media	Abaterea standard
Alungirea la rupere	%	34.118	38.554	40.964	38.554	36.390	37.716	2.581
Modulul de elasticitate (E)	MPa	10418.8	7210.2	7826.1	6645.1	6363.5	7692.74	1623.765
Secțiune		Rectangular						
Lățime	mm	19	19	19	19	19	-	-
Grosime	mm	1.3	1.3	1.3	1.3	1.3	-	-
Lungime	mm	80	80	80	80	80	-	-
Aria secțiunii	mm ²	24.7	24.7	24.7	24.7	24.7	-	-
Lungimea inițială (Lo)	mm	85	83	83	83	83	-	-
Lungime finală (Lu)	mm	87.9	86.2	86.4	86.2	86.9	-	-
Límite elastice la tracțiune	%	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	-	-
Rezistența maximă	MPa	188.4	154.9	265.4	216.1	224.9	209.94	41.324
Alungirea limită la tracțiune	%	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	-	-
Rezistența la tracțiune (Rm)	MPa	188.4	154.9	265.4	216.1	224.9	209.94	41.324
Límite de elasticitate (Rp)	MPa	39.6	30.0	48.8	40.4	40.7	39.9	6.674
Aria secțiunii de rupere (Su)	mm ²	12.5	12.5	12.5	12.5	12.5	-	-
Forța maximă	kN	4.655	3.827	6.555	5.339	5.556	5.1864	1.020

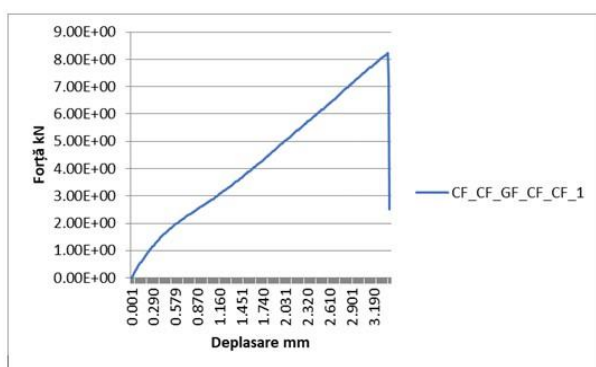


Fig. 6.41. Diagrama *Forță-deplasare* la solicitarea de tracțiune compozit CF/CF/GF/CF/CF.

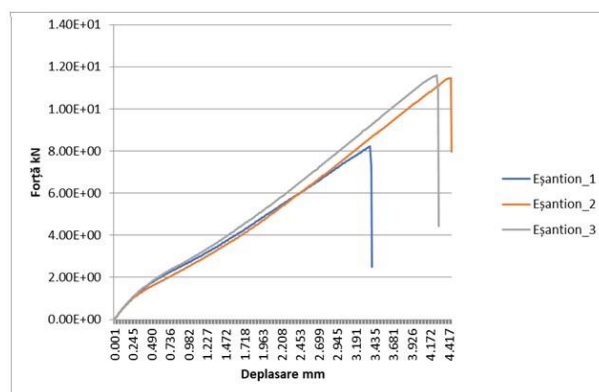


Fig. 6.44. Diagrame *Forță-deplasare* la solicitarea de tracțiune compozit CF/CF/GF/CF/CF.

Tabelul 6.7 Valori ale comportamentului compozitului CF/GF/CF/GF/CF la solicitarea la tracțiune.

Tensile - CF_CF_GF_CF_CF								
Caracteristici	u.m.	Ep.1	Ep.2	Ep.3	Ep.4	Ep.5	Media	Abaterea standard
Alungirea la rupere	%	40.964	51.765	50.588	49.412	49.312	48.4082	4.279
Modulul de elasticitate (E)	MPa	12979.5	8103.2	10725.8	10383.9	10400.0	10518.48	1729.546
Secțiune		Rectangular						
Lățime	mm	19	19	19	19	19	-	-
Grosime	mm	1.2	1.2	1.2	1.2	1.2	-	-
Lungime	mm	80	80	80	80	80	-	-
Aria secțiunii	mm ²	22.8	22.8	22.8	22.8	22.8	-	-

Lungimea inițială (Lo)	mm	83	85	85	85	85	-	-
Lungime finală (Lu)	mm	86.4	89.4	89.3	89.2	89.4	-	-
Lîmite elastice la tracțiune	%	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	-	-
Rezistența maximă	MPa	360.5	360.5	508.8	489.8	501.4	444.2	76.706
Alungirea limită la tracțiune	%	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	-	-
Rezistența la tracțiune (Rm)	MPa	360.5	503.5	508.8	489.8	500.0	472.8	63.004
Limite de elasticitate (Rp)	MPa	68.8	208.9	92.6	87.7	70.9	105.78	58.562
Aria secțiunii de rupere (Su)	mm ²	12.5	12.5	12.5	12.5	12.5	-	-
Forța maximă	kN	8.220	11.480	11.600	11.167	11.310	10.7554	1.426

Pentru biocompozitele hibride CF:GF, au fost obținute variațiile (pentru cele cinci epruvete) ale proprietăților materialului obținute în urma solicitării la tracțiune: modulul de elasticitate, alungirea, rezistența maximă, forța maximă. Pe baza lor au putut fi comparate performanțele materialelor compozite, comparație ilustrată în figura 6.57.

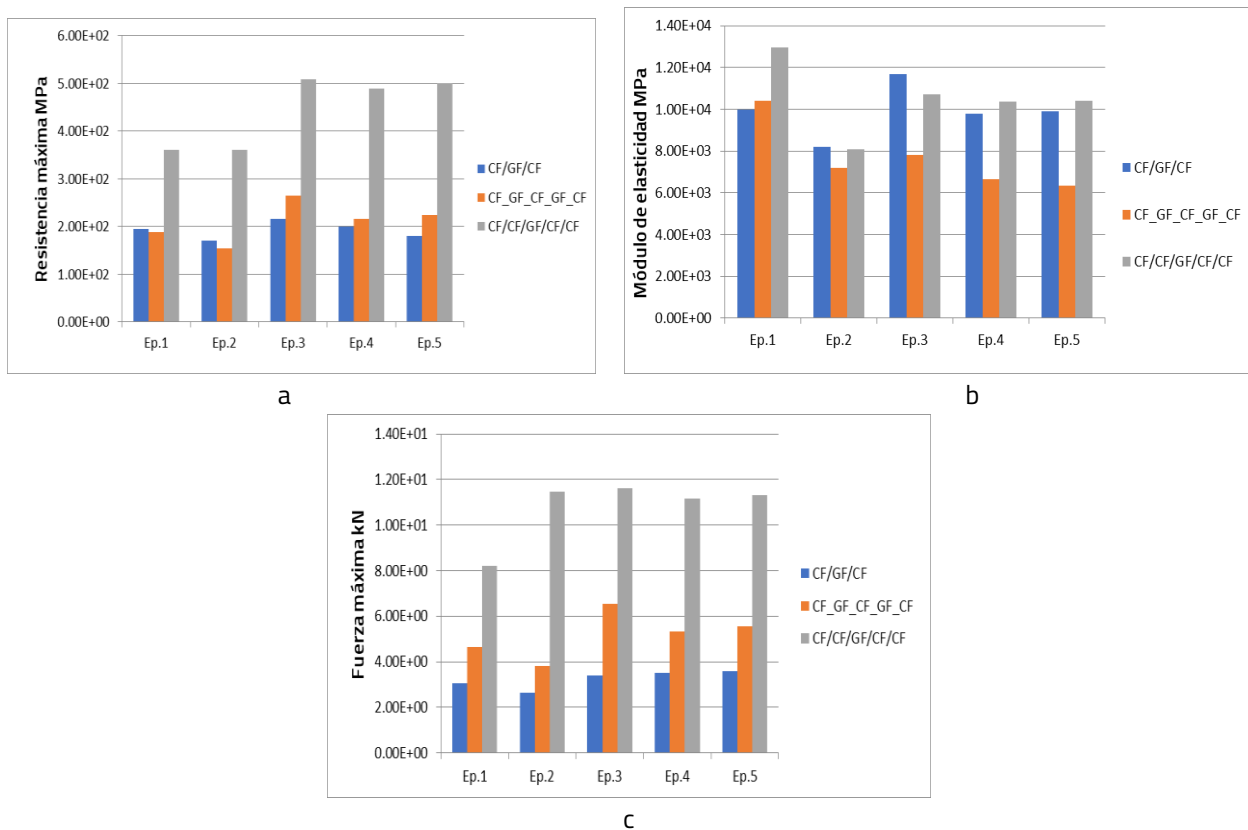


Fig 6.57 Comparație ale caracteristicilor biocompozitului hibrid.

Cercetarea experimentală la tracțiune pune în evidență următoarele aspecte:

- sunt abateri ale valorilor proprietăților în cadrul celor cinci epruvete solicitate la tracțiune, atât la biocompozitul hibrid CF:GF cu trei straturi, cât și la cele două compozite cu cinci straturi CF/GF/CF/GF/CF, și respectiv CF/CF/GF/CF/CF. Se consideră că aceste variații nu sunt reprezentative, ele fiind determinate de condițiile de prindere a epruvetelor pe mașina de încercat. Se menționează că epruvetele nu au fost dotate cu taloane;
- valorile caracteristicilor de rezistență și modul de elasticitate cresc pe măsură ce crește și numărul straturilor la epruvetele testate.
- aranjamentul CF/CF/GF/CF/CF conferă materialului biocompozit hibrid o mărire a valorilor proprietăților mecanice în medie cu 20-30%;

- aranjamentul cu cinci straturi CF/GF/GF/CF/CF determină valori ale proprietăților mecanice ale biocompozitului hibrid CF:GF, apropiate de cele înregistrate compozitul cu trei straturi. Acest aranjament realizează o echilibrare a comportamentului biocompozitului hibrid la solicitarea de tracțiune.

- deoarece tehnologia de realizare LIR a biocompozitului hibrid este simplă și necesită echipamente relativ ieftine comparativ cu cele întâlnite în tehnica RTM se pot realiza îmbunătățiri a caracteristicilor de comportament mecanic ale compozitului, utilizând aranjamentul CF/CF/GF/CF/CF.

Pentru **solicitările la încovoiere** s-au folosit epruvete debitate din plăci de material biocompozit hibrid CF:GF tip „interlay”, având formele și dimensiunile din figura 6.58 și tabelul 6.8, conforme cu standardul ASTM D 7264/D 7264M – 07 [*D7264] și capabilitățile mașinii de testare universală electromecanică tip ELIB 50. Epruvetele sunt realizate fără taloane.

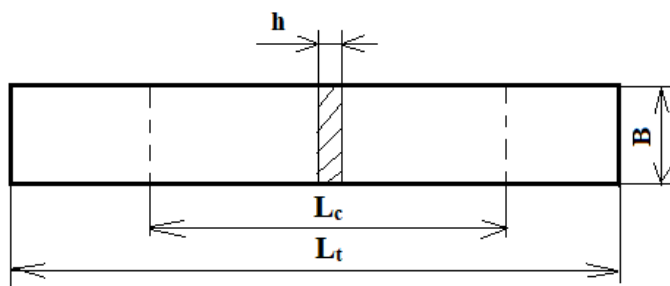


Fig. 6.58 Forma și dimensiunile epruvetei pentru încercarea la încovoiere.

Tabelul 6.8 Dimensiuni epruvetă pentru solicitarea la încovoiere compozit hibrid „CF : GF”, tip „interply”.

Tip epruvetă (Fig. 6.26)	Lungime totală L_t <i>mm</i>	Lungime calibrată L_c <i>mm</i>	Lățime B <i>mm</i>	Grosime g <i>mm</i>
Tip CF:GF = 2:1	80	45	$10 \pm 0,5$	$1 \pm 0,2$
Tip CF:GF = 3:2	80	45	$10 \pm 0,5$	$1,3 \pm 0,2$
Tip CF:GF = 4:1	80	45	10	$1,2 \pm 0,1$

Pentru cercetarea experimentală, s-au pregătit câte cinci epruvete din cele trei tipuri de material biocompozit hibrid CF:GF tip „interlay” realizat în condiții de laborator:

- epruvete cu trei straturi CF/GF/CF (Fig. 6.59);
- epruvete cu cinci straturi Cf/GF/CF/GF/CF (Fig. 6.60);
- epruvete cu cinci straturi CF/CF/GF/CF/CF (Fig. 6.61).

Încercarea la încovoiere a fost efectuată folosind metoda celor trei puncte, în conformitate cu ASTM D 7264/D 7264M – 07 [*D7264] pe mașina de testare universală electromecanică tip ELIB 50. În vederea încercării la încovoiere, epruveta este amplasată pe două reazeme ale mașinii ELIB 50, cu realizarea a două puncte de reazem și se aplică asupra ei, cu un poanson, o forță de solicitare, la jumătatea distanței între cele două puncte de reazem (Fig. 6.62). Amplasarea epruvetei pe cele două reazeme se face în condiții riguroase de orizontalitate și simetrie, conform metodologiei din standardul ASTM D 7264/D 7264M – 07 [*D7264].



Fig. 6.59 Set de cinci epruvete tip CF/GF/CF pentru solicitarea la încovoiere.



Fig. 6.60 Set de cinci epruvete tip CF/GF/CF/GF/CF pentru solicitarea la încovoiere.



Fig. 6.61 Set de cinci epruvete tip CF/GF/CF/GF/CF pentru solicitarea la încovoiere.

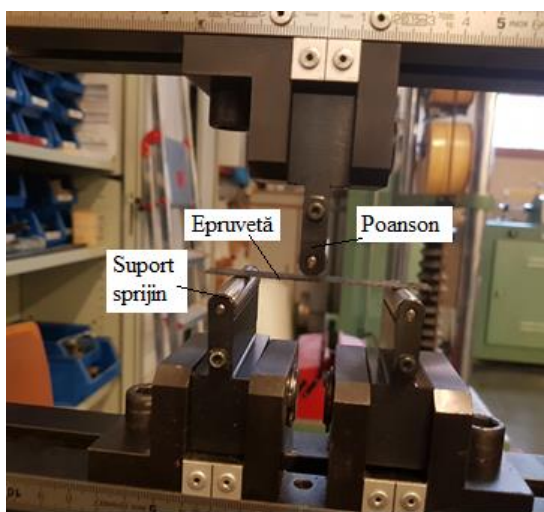


Fig. 6.62 Schema de solicitare la încovoiere cu metoda celor trei puncte.

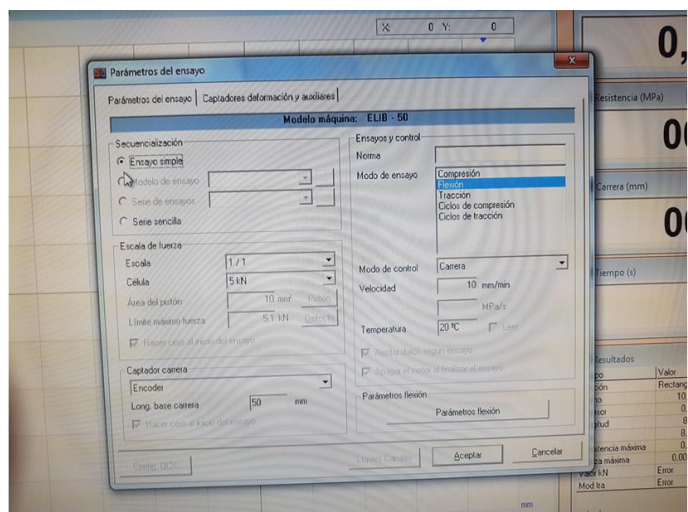


Fig. 6.63 Parametrii de reglare a mașinii de încercat ELIB-50 pentru solicitarea de încovoiere a epruvetelor din material biocompozit hibrid CF:GF tip „interlay”.

Pentru efectuarea încercării are loc reglarea mașinii de încercat la parametrii de lucru: lungimea între cele două suporturi, viteza de solicitare, teoretic 10 mm/min, temperatura la încercare $20^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$, reglarea echipamentului pentru încercare etc. După realizarea protocolului de solicitare la încovoiere s-au efectuat probe de încovoiere, câte cinci epruvete, pentru cele trei grupe de epruvete ale materialelor biocompozite polimerice hibride CF:GF. Procedura de încercare la încovoiere a materialului biocompozit hibrid CF:GF tip „interply” durează până în momentul în care epruveta s-a rupt.

În urma cercetării experimentale la încovoire, a unui set de cinci epruvete la fiecare din cele trei grupe de materiale biocompozit hibrid polimeric CF:GF tip „interply”, s-au obținut rezultatele experimentale exprimate prin diagrame de solicitare tip *Forță-deplasare* și valori ale proprietăților mecanice ale materialului biocompozit hibrid prezentate în tabelele.

Pentru exemplificare, în figurile 6.68 și 6.71 sunt rediate diagramele forță-deplasare pentru prima epruvetă CF/GF/CF, și respectiv, diagramele cumulative pentru primele trei epruvete, iar în tabelul 6.9 regăsim sinteza rezultatelor la solicitarea de încovoiere pentru toate cele cinci epruvete cu această configurație. În mod analog, sunt rediate în figurile 6.72 și 6.75 și în tabelul 6.10 se regăsesc

aceleași rezultate pentru epruvetele CF/GF/CF/GF/CF. În tabelul 6.11.sunt caracteristicile mecanice la încovoiere pentru epruvetele CF/CF/GF/CF/CF.

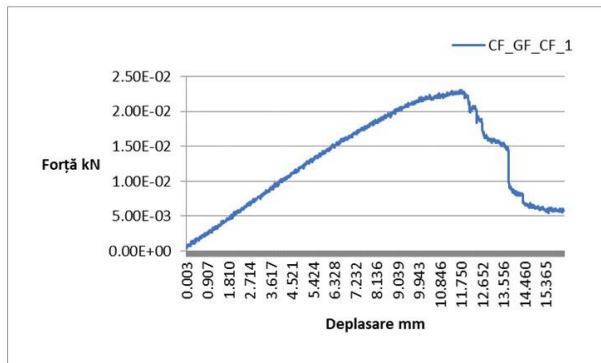


Fig. 6.68 Diagrama „Forță-deplasare” la solicitarea de încovoiere compozit CF/GF/CF.

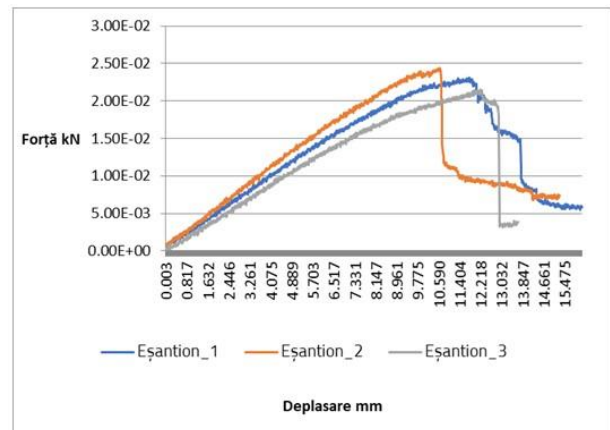


Fig. 6.71 Diagrame „Forță-deplasare” la solicitarea de încovoiere compozit CF/GF/CF.

Tabelul 6.9 Valori ale comportamentului compozitului CF/GF/CF la solicitarea la încovoiere.

Flexural - CF_GF_CF								
Caracteristici	u.m.	Ep.1	Ep.2	Ep.3	Ep.4	Ep.5	Media	Abaterea standard
Secțiune		Rectangular					-	-
Lățime	mm	10.5	10.5	10.5	10.5	10.5	-	-
Grosime	mm	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	-	-
Lungime	mm	80	80	80	80	80	-	-
Aria secțiunii	mm ²	8.4	8.4	8.4	8.4	8.4	-	-
Rezistența maximă	MPa	309.2	326.9	288.5	310.4	290.4	305.08	15.904
Forța maximă	kN	0.0231	0.0244	0.0215	0.0241	0.0235	0.02332	0.001
Modulul de încovoiere	MPa	25282	24306	10502	25340	24410	21968	6427.513

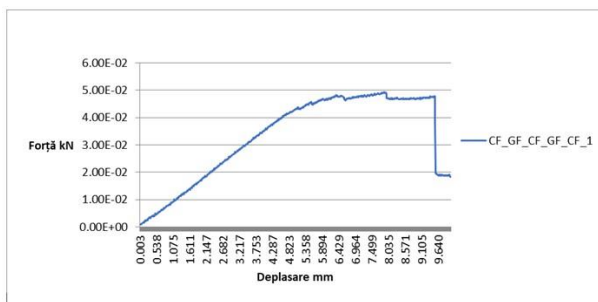


Fig. 6.72 Diagrama „Forță-deplasare” la solicitarea de încovoiere compozit CF/GF/CF/GF/GF.

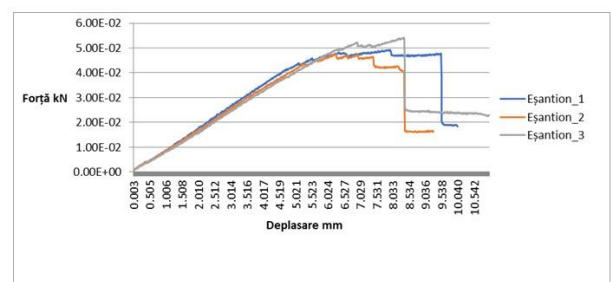


Fig. 6.75 Diagrame „Forță-deplasare” la solicitarea de încovoiere compozit CF/GF/CF/GF/GF.

Tabelul 6.10 Valori ale comportamentului compozitului CF/GF/CF/GF/CF la solicitarea la încovoiere.

Flexural - CF_GF_CF_GF_CF								
Caracteristici	u.m.	Ep.1	Ep.2	Ep.3	Ep.4	Ep.5	Media	Abaterea standard
Secțiune		Rectangular					-	-
Lățime	<i>mm</i>	9.5	9.5	9.5	9.5	9.5	-	-
Grosime	<i>mm</i>	1.3	1.3	1.3	1.3	1.3	-	-
Lungime	<i>mm</i>	80	80	80	80	80	-	-
Aria secțiunii	<i>mm²</i>	12.35	12.35	12.35	12.35	12.35	-	-
Rezistența maximă	<i>MPa</i>	276.8	266.3	303.7	278.4	270.4	279.12	14.581
Forța maximă	<i>kN</i>	0.0494	0.0475	0.0542	0.0490	0.0480	0.04962	0.002
Modulul de încovoiere	<i>MPa</i>	18107	15177	17054	17400	15800	16707.6	1196.265

Tabelul 6.11 Valori ale comportamentului compozitului CF/CF/GF/CF/CF la solicitarea la încovoiere.

Flexural - CF/CF/GF/CF/CF								
Caracteristici	u.m.	Ep.1	Ep.2	Ep.3	Ep.4	Ep.5	Media	Abaterea standard
Secțiune		Rectangular					-	-
Lățime	<i>mm</i>	10.1	10.1	10.1	10.1	10.1	-	-
Grosime	<i>mm</i>	1.2	1.2	1.2	1.2	1.2	-	-
Lungime	<i>mm</i>	80	80	80	80	80	-	-
Aria secțiunii	<i>mm²</i>	12.12	12.12	12.12	12.12	12.12	-	-
Rezistența maximă	<i>MPa</i>	332.20	461.3	487.2	465.1	474.3	444.02	63.301
Forța maximă	<i>kN</i>	0.0537	0.0746	0.0787	0.0712	0.0751	0.07066	0.009
Modulul de încovoiere	<i>MPa</i>	26795	31780	27249	27041	27870	28147	2069.599

Pentru biocompozitele hibride CF:GF, au fost obținute variațiile (pentru cele cinci epruvete) ale proprietăților materialului obținute în urma solicitării la încovoiere: modulul de încovoiere, rezistența maximă, forța maximă. Din diagramele ridicate și din tabelele 6.9-6.11 se observă următoarele:

- în general în cadrul celor cinci epruvete se obțin valori echilibrate, lucru valabil pentru biocompozitul hibrid cu trei straturi, cinci straturi, în organizarea CF/GF/CF/GF/CF, și respectiv CF/CF/GF/CF/CF estimăm că acest lucru se datorează modului corect de fabricare a compozitelor hibride în variantele cu trei și cinci straturi;
- eventualele valori mai mari decât cazul celorlalte epruvete solicitate la încovoiere se încadrează în distribuția normală;
- în cercetarea experimentală nu au aparut factori aleatori care să denatureze rezultatele testelor, fapt determinat de condițiile corecte de reglare a echipamentelor cât și de poziționarea epruvetelor.

În diagramele 6.85 se analizează comparativ rezultatele condițiilor de fabricare a biocompozitului hibrid cu trei și cinci straturi (în aranjamentele fibrelor de sticlă și de carbon, cunoscute) privind valorile proprietăților compozitului în urma solicitării de încovoiere.

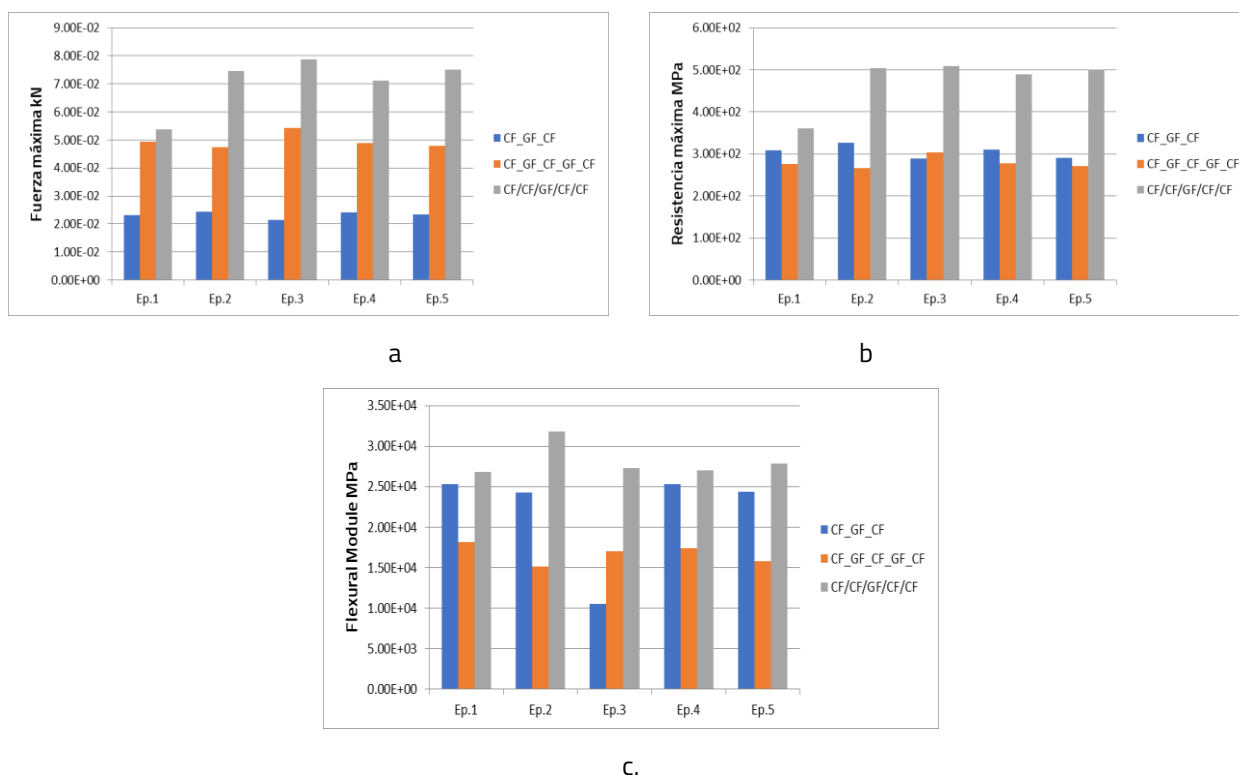


Fig. 6.85 Comparații privind proprietățile mecanice ale biocompozitului hibrid polimeric solicitat la încovoiere: a- rezistența maxima; b- forța maximă de rupere; c- modulul la încovoiere.

Din diagramă se fac următoarele observații:

- valorile rezistenței maxime sunt echilibrate în cazul epruvetei cu trei straturi CF/GF/CF și a epruvetei cu cinci straturi CF/GF/CF/GF/CF.

- în cazul epruvetei cu cinci straturi CF/CF/GF/CF/CF valorile rezistenței maxime sunt superioare față de cele cu trei straturi CF/GF/CF și a epruvetei cu cinci straturi CF/GF/CF/GF/CF, într-o proporție de aproximativ 40%. Acest lucru se datorează prezenței straturilor de carbon în construcția biocompozitului hibrid, datorate proprietăților mecanice ale fibrei de carbon.

- în cazul forței maxime situația evidențiază o creștere a valorii acesteia pe măsură ce în construcția biocompozitului hibrid se introduc straturi suplimentare de fibra de carbon comparativ cu epruveta cu trei straturi. Și în acest caz structura compozitului în organizarea CF/CF/GF/CF/CF determină valori ridicate ale forței maxime. Se remarcă valorile echilibrate ale forței maxime la testarea celor cinci tipuri de epruvete pentru fiecare structura cu trei și cinci straturi.

- în cazul modulului la îndoire se constată valori apropiate pentru biocompozitele hibride cu cinci straturi CF/GF/CF/GF/CF și respectiv CF/CF/GF/CF/CF. Și în cazul acestei proprietăți se obțin valori superioare comparativ cu structura cu trei straturi pe măsură ce se introduc straturi suplimentare în structura compozitului. Interpretarea valorilor acestei caracteristici în funcție de structura straturilor de carbon și de sticla permite evaluarea corectă a condițiilor de solicitare la îndoire a biocompozitului hibrid. Problematika este actuală în domeniul proiectării dispozitivelor medicale din domeniul sportiv și din domeniul recuperării medicale a sistemelor locomotorii.

6.5 Material biocompozit HA/PLA

Materialul biocompozit HA/PLA este compus din matrice de acid polilactic PLA, sub formă de pelete și element de ranforsare hidroxiapatită HA. El are structura formată din 15% HA și 85% PLA, structură ce este cuprinsă în intervalul proporțiilor de hidroxiapatită, în biocompozitul HA/PLA, întâlnită în majoritatea lucrărilor de cercetare din domeniul proprietăților biocompozitului [Fer.17, 19].

Pentru fabricarea materialului biocompozit 15 mass% HA/PLA s-a utilizat tehnica de extrudare în stare de topitură (curgere vâscoasă) a compoundului format din polimerul PLA și hidroxiapatită în proporția stabilită. Tehnologia de fabricare a materialului biocompozit cuprinde etapele:

1. *dozarea* complexului hidroxiapatită/acid polilactic în proporția 15 mass% HA/PLA:
 - a. cântărire polimer PLA;
 - b. realizare amestec 15 mass% HA/PLA
 - c. ambalare amestec 15 mass% HA/PLA, 70 grame;
2. *extrudare amestec* 15 mass% HA/PLA. Se utilizează un extruder cu două șuruburi melc cu patru zone de control al temperaturii;
3. *obținere material biocompozit* 15 mass% HA/PLA sub formă de topitură;
 - a. curgere compound 15 mass% HA/PLA sub formă de topitură;
 - b. obținerea materialului biocompozit 15 mass% HA/PLA în stare extrudată.

Din materialul biocompozit 15 mass% HA/PLA în stare extrudată, sub formă de baghete, se pot fabrica prin prelucrarea de turnare prin injecție piese pentru aplicații medicale.

În vederea *determinării proprietăților mecanice* se folosesc testele de *tracțiune și încovoiere*. În acest scop se realizează epruvetele corespunzătoare fiecărei încercări folosind metoda turnării prin injecție a materialului biocompozit, 15 mass% HA/PLA în stare extrudată. Pentru încercările la tracțiune și la încovoiere s-au utilizat câte cinci epruvete. Deoarece procedurile experimentale de reglare ale mașinii de încercat și modurile de poziționare ale epruvetelor pe mașină în vederea solicitărilor sunt asemănătoare procedurilor experimentale folosite la determinarea proprietăților mecanice ale materialului biocompozit hibrid (cap.6.4), ele nu mai sunt reluate, excepție făcând aspectele specifice.

Încercarea la tracțiune a fost realizată utilizând cinci epruvete cu forma și dimensiunile (Fig. 6.95, Fig. 6.96) conforme cu standardul ASTM D638 [*D638], și recomandările [*Leb.14], [Fer.17].

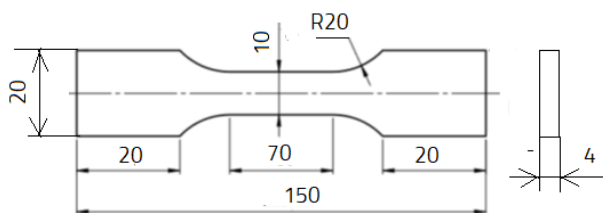


Fig. 6.95 Forma și dimensiunile epruvetei la tracțiune.



Fig. 6.96 Set de cinci epruvete 15 mass% HA/PLA utilizate la solicitarea la tracțiune.

Se reglează mașina testare universală electromecanică tip ELIB 50 și solicitarea la tracțiune se efectuează cu viteza (constantă) de 5mm/min. Procedura de solicitare la tracțiune are loc până la ruperea epruvetei.

În urma solicitărilor la tracțiune, și a ruperii epruvetelor s-au obținut rezultatele experimentale privind anumite proprietăți mecanice ale materialului biocompozit 15 mass% HA/PLA ce sunt prezentate în diagramele la tracțiune din figurile 6.107 și 6.108 și în tabelul 6.13. Au fost obținute și valori pentru proprietăți ale biocompozitului 15 mass% HA/PLA care au fost evaluate comparativ.

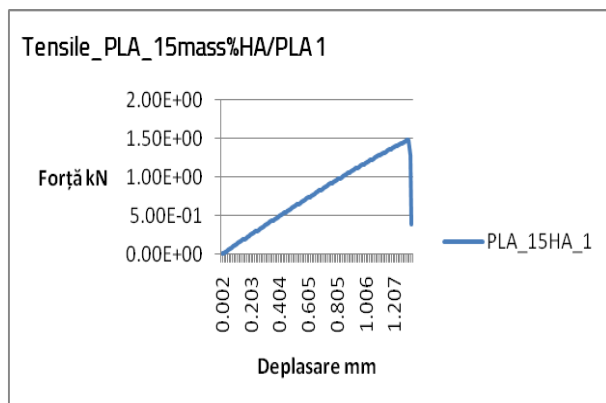


Fig.6.107 Diagramă „forță-deplasare” la solicitarea de tracțiune biocompozit 15 mass% HA/PLA.

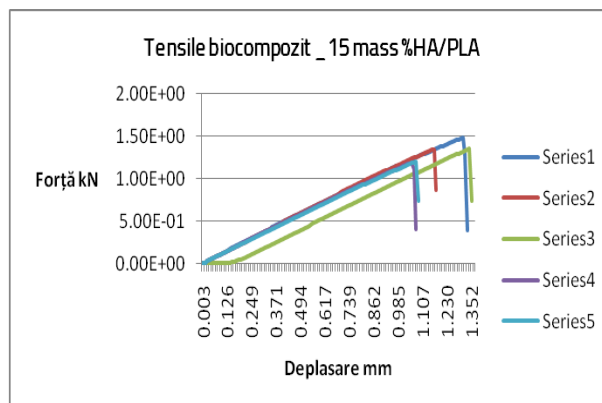


Fig. 6.108 Diagrame „forță-deplasare” la solicitarea de tracțiune biocompozit 15 mass% HA/PLA.

Tabelul 6.13 Valori ale proprietăților biocompozitului 15 mass% HA/PLA la solicitarea de tracțiune.

TENSILE_PLA_15HA								
Caracteristici	u.m.	Ep.1	Ep.2	Ep.3	Ep.4	Ep.5	Media	Abaterea standard
Alungirea la rupere	%	1.3	1.1	1.3	1.068	1.068	1.1672	0.121
Modulul de elasticitate	MPa	2937.24	2999.40	2939.62	2978.47	2946.79	2960.304	27.390
Secțiune		Rectangular						
Lățime	mm	10	10	10	10	10	-	-
Grosime	mm	4	4	4	4	4	-	-
Lungime	mm	148	148	148	148	148	-	-
Aria secțiunii	mm ²	40	40	40	40	40	-	-
Lungimea inițială (Lo)	mm	100	100	100	103	103	101.2	1.643
Lungime finală (Lu)	mm	101.3	101.1	101.3	104.1	104.1	102.38	1.572
Limite elastice la tracțiune	%	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	-	-
Rezistența maximă	MPa	37.08	33.67	33.77	29.80	30.14	32.892	3.002
Alungirea limită la tracțiune	%	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	-	-
Rezistența la tracțiune (Rm)	MPa	37.08	33.67	33.77	29.80	30.14	32.892	3.002
Limite de elasticitate (Rp)	MPa	33.28	0.00	0.00	0.00	0.00	6.656	14.883
Aria secțiunii de rupere (Su)	mm ²	12.5	12.5	12.5	12.5	12.5	-	-
Forța maximă	kN	14.834	13.466	13.507	11.919	12.057	13.1566	1.201

Din evaluarea acestor valori rezultă următoarele considerații:

- în general există un echilibru al valorilor corespunzătoare proprietății analizare;
- tehnologia de realizare a epruvetelor a fost corectă, deoarece la toate proprietățile analizate nu au apărut salturi reprezentative de valori. Doar la modulul de elasticitate apar niste variații valorice la epruvetele doi și patru datorate condițiilor de poziționare a epruvetei în fălcile mașinii de încercare.
- Din ansamblul valorilor proprietăților biocompozitului 15 mass% HA/PLA, se consideră că tehnica de fabricare a biocompozitului cât și condițiile de testare a epruvetelor au respectat reglementările din domeniu.

Pentru **încercarea la încovoiere** s-au utilizat cinci epruvete cu forma și dimensiunile (Fig.6.97 și Fig. 6.98), conforme cu standardul ASTM D790 [*D790], și recomandările [*Leb.14], [Fer.17].

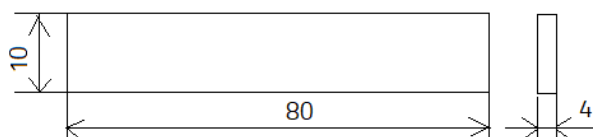


Fig. 6.97 Forma și dimensiunile epruvetei la încovoiere.



Fig. 6.98 Set de cinci epruvete 15 mass% HA/PLA pentru solicitarea la încovoiere.

Încercarea la încovoiere se efectuează folosind metoda celor trei puncte, în conformitate cu ASTM D 7264/D 7264M – 07 [*D7264], recomandările din [Jia.15], [Fer.17] și după capacitățile mașinii de încercare ELIB 50. În vederea solicitării epruvetelor din 15 mass% HA/PLA se echipează mașina de testare universală tip ELIB 50 cu dispozitivele corespunzătoare încercării la încovoiere.



Epruvetă din biocompozit 15 mass% HA/PLA, deformată în timpul solicitării la îndoirea în trei puncte

Fig. 6.114 Epruvetă din biocompozit 15 mass% HA/PLA deformată în timpul solicitării la încovoiere.

Cercetarea experimentală la îndoire este finalizată prin diagrame de solicitare (Fig.6.115 și Fig. 6.116) iar datele experimentale prelucrate sunt prezentate în tabelul 6.14.

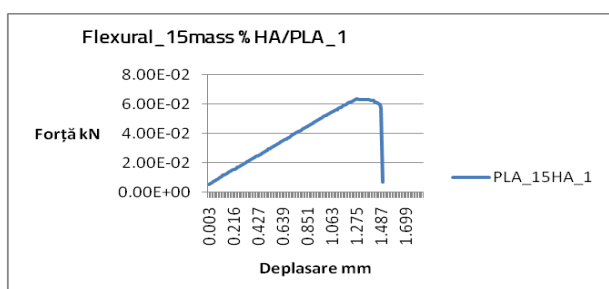


Fig. 6.115 Diagrama „forță-deplasare” la solicitarea de încovoiere biocompozit 15 mass% HA/PLA.

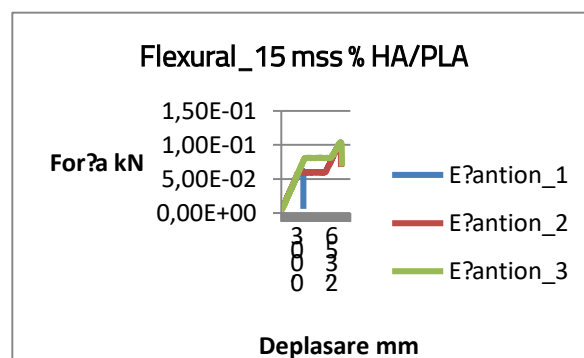


Fig. 6.116 Diagrame „forță-deplasare” la solicitarea de încovoiere biocompozit 15 mass% HA/PLA.

Tab. 6.14 Valori ale proprietăților biocompozitului 15 mass% HA/PLA obținute la încovoiere.

FLEXURAL_PLA_15HA								
Caracteristici	u.m.	Ep.1	Ep.2	Ep.3	Ep.4	Ep.5	Media	Abaterea standard
Secțiune		Rectangular					-	-
Lățime	mm	10	10	10	10	10	-	-
Grosime	mm	4	4	4	4	4	-	-
Lungime	mm	148	148	148	148	148	-	-
Aria secțiunii	mm ²	40	40	40	40	40	-	-
Rezistența maximă	MPa	35.7	56.1	58.5	55.2	50.1	51.12	9.147
Forța maximă	kN	0.0635	0.0998	0.1041	0.0898	0.0675	0.08494	0.018
Modulul de încovoiere	MPa	3913.0	4120.7	4103.5	4101.0	4013.0	4050.24	87.463

Pe baza rezultatelor experimentale obținute la solicitarea de încovoiere a biocompozitului 15 mass% HA/PLA se fac următoarele considerente:

- caracteristica rezistență maximă are valori echilibrate în cazul solicitărilor celor cinci epruvete. Se apreciază corectitudinea elaborării biocompozitului 15 mass% HA/PLA prin tehnica „extrudare-prelucrare prin injecție”;
- valorile forței maxime sunt echilibrate în cazul celor cinci epruvete;
- în cazul modulului de elasticitate se consideră că procedura de solicitare la îndoirea epruvetei unu, ridică semne de întrebare comparativ cu valorile obținute la celelalte patru epruvete. Considerăm că problema este determinată de caracteristica structurală a epruvetei la solicitarea de încovoiere;
- se remarcă din nou echilibrarea valorilor proprietăților pentru cele cinci epruvete, aspect determinat de corectitudinea procedurii de fabricare a biocompozitului 15 mass% HA/PLA, cat și de acuratețea poziționării epruvetei pe masina de încercat;
- Procentul de 15% hidroxiapatită in cadrul biocompozitului PLA armat cu hidroxiapatita este la un nivel scazut, intr-o scară de unu la zece, ce permite determinarea unor valori ale caracteristicilor biocompozitului apropiate de cele ale osului uman.

CONCLUZII FINALE. CONTRIBUȚII ORIGINALE MODUL DE VALORIFICARE A REZULTATELOR. DIRECȚII VIITOARE DE CERCETARE

7.1. Concluzii finale

Lucrarea de față „STUDII ȘI CERCETĂRI PRIVIND METODELE DE TESTARE A MATERIALELOR BIOCOMPOZITE”, are drept bază de pornire importanța deosebită pe care o au în momentul de față materialele biocompozite pentru îmbunătățirea calității vieții. Concluziile finale privind modul de abordare și de instrumentare a cercetării teoretice și experimentale efectuate în lucrare au urmărit obiectivele tezei de doctorat. În cadrul fiecărui capitol din lucrare s-a urmărit cu precădere obiectivitatea și acuratețea cercetării în contextul realizărilor pe plan național și științific din domeniu.

Primul obiectiv a constatat, pe baza cercetării bibliografice exhaustive, definirea conceptului de biomaterial compozit utilizat în medicină și în inginerie medicală. Definirea sistemică a conceptului s-a bazat pe abordările variate ale conceptului de biocompozit, fiind cunoscut faptul utilizării noțiunii în diverse ramuri: inginerie și bioinginerie medicală, ecologia sistemelor industriale, etc. În concluzie, în primul obiectiv s-a definit conceptul de biomaterial compozit utilizat exclusiv în medicină și ingineria biomedicală. Astfel, materialele biocompozite utilizate în aceste domenii au matricea și faza de ranforsare realizate din biomateriale neviabile dar capabile să răspundă cerințelor de biocompatibilitate a materialului biocompozit. S-a evidențiat tipurile de biomateriale utilizate ca matrice și materiale de armare, fibre și particule. Totodată, în primul obiectiv s-au pus în evidență caracteristicilor materialelor biocompozite sintetice. Capitolul este finalizat cu prezentarea sistemică a metodelor și procedeelelor de testare a materialelor biocompozite, cu specificul acestora.

Obiectivul doi a constatat în elaborarea unei metode simple de analiză a biomaterialelor sintetice bazată pe trei obiective subsidiare : sistematica structurii biomaterialelor; caracteristicile constructive ale biomaterialelor compozite; model de calcul pentru stabilirea caracteristicilor elastice ale structurii biocompozitului: modulul de elasticitate (Modelele Voigt și Reuss).

Al treilea obiectiv a analizat variata constructivă hibrită a materialului biocompozit polimeric armat cu fibre de carbon și fibre de sticlă. S-a definit termenul de material biocompozit hibrid pornind de la structura materialului biocompozit, clasificarea biocompozitelor hibride, proprietățile mecanice și fizice ale unor biocompozite hibride. Totodată, s-a prezentat cazul fabricării materialului biocompozit hibrid polimeric armat cu fibre de carbon și fibre de sticlă cu metoda infuziei de rășină epoxidică (LRI) și modul de fabricare a materialului biocompozit HA/PLA prin tehnologia de extrudare și de turnare prin injecție. S-au făcut referințe asupra caracteristicilor tehnologice și economice ale acestor metode.

Al patrulea obiectiv a fost îndeplinit printr-o cercetare experimentală complexă privind caracteristicile mecanice și mecanice termice ale biocompozitelor hibride polimerice interply, cât și materialelor biocompozitelor HA/PLA. În cadrul capitolului șase se prezintă în mod detaliat modalitățile și condițiile

de testare la tracțiune și testare, a determinării coeficienșilor vâsco elastici în funcție de temperatură a celor două categorii de materiale biocompozite. S-au ridicat diagrame și s-au prezentat tabele cu datele experimentale.

7.2. Contribuții originale

În cazul tezei de doctorat intitulată „STUDII ȘI CERCETĂRI PRIVIND METODELE DE TESTARE A MATERIALELOR BIOCOMPOZITE” s-au adus, de către autor, în cadrul elementelor de cercetare teoretice și experimentale următoarele contribuții personale cât și originale :

- Efectuarea unui studiu bibliografic vast privind problematica biocompozitelor sintetice utilizate într-o mare diversitate de aplicații medicale;
- Sistematizarea informațiilor teoretice și experimentale cunoscute în momentul de față privind proprietățile biomaterialelor metalice, ceramice, și polimerice. Aceste informații vizează atât compozițiile chimice ale acestor materiale cât și condițiile de procesare;
- Susținerea punctului de vedere existent în literatura din domeniul medical, este adevărat într-o proporție relativ restrânsă, conform căreia conceptul de biocompozit se referă la materialele biocompozite utilizate în domeniul medical;
- Definirea conceptului de material biocompozit sintetic utilizat în exclusivitate în medicină și ingineria biomedicală. Se face o distincție clară față de materialele biocompozite construite cu biopolimeri și fibre naturale. Se arată și faptul că aceste ultime biocompozite pot fi utilizate în medicină și bioinginerie doar dacă sunt biocompatibile cu organismul uman;
- S-a argumentat importanța materialelor biocompozite polimerice în aplicațiile medicale;
- S-au sintetizat proprietățile și particularitățile materialelor biocompozite polimerice armate cu fibre de carbon și fibre de sticlă, în condițiile unei matrici epoxidice;
- S-au analizat modalitățile de analiză a caracteristicilor elastice ale biocompozitelor polimerice pe baza modelele teoretice Voigt și Reuss;
- S-a elaborat metoda de realizare a materialelor biocompozite hibride polimerice armate cu fibre de sticlă și fibre de carbon, în condiții de laborator sau pentru produse de înaltă tehnicitate;
- S-a elaborat metoda de realizare a materialelor biocompozite HA/PLA
- S-a elaborat metodologia de cercetare experimentale a proprietăților mecanice și mecano termice materialelor biocompozite hibride polimerice armate cu fibre de sticlă și fibre de carbon și a materialelor biocompozite HA/PLA, prin selectarea testelor reprezentative de sollicitare a acestora;
- În concordanță cu obiectivele tezei de doctorat s-au evidențiat și aplicat principalele metode de analiză teoretică și experimentală a proprietăților biocompozitelor polimerice;
- Cercetările experimentale au fost canalizate pe două tipuri de biocompozite: biocompozite epoxy hibride armate cu fibre de carbon și de sticlă deosebit de actuale în diferite aplicații medicale din ortopedie și biocompozite polimerice HA/PLA extrem de interesante pentru aplicațiile medicale ortopedice;
- În cercetarea teoretică cât și experimentală am beneficiat de ajutorul Universității Transilvania din Brașov prin Școala Doctorală pentru efectuarea unui stagiu de cercetare teoretică și experimentală în cadrul Universității Politehnice din Valencia, Alcoy, Alicante, Spania.

Beneficiind de sprijinul larg al colectivului din laboratoarele din Alcoy, Alicante am pus la punct o metodică simplă, precisă și economică de realizare a biocompozitelor hibride epoxy armate cu fibre de carbon și de sticlă. Tehnologiile de realizare a biocompozitelor analizate experimental în lucrarea de doctorat pot fi implementate comod în laboratoarele Centrului de Cercetare a Universității Transilvania din Brașov.

7.3. Valorificarea rezultatelor cercetării

Cercetările științifice efectuate asupra temei de doctorat și domeniilor adiacente ei pe durata studiilor doctorale și a elaborării tezei, s-au materializat prin următoarele rezultate valorificate prin publicații în felul următor:

- 2 lucrări ISI;
- 10 lucrări cotate BDI;

Dintre acestea, autorul este pentru:

- 1 – unic autor;
- 5 – prim autor;
- 7 – coautor.

7.4. Direcții viitoare de cercetare

Rezultatele teoretice și experimentale dezvoltate în prezenta teză de doctorat deschid noi căi de cercetare privind metodele de testare a materialelor biocompozite. Dintre acestea:

- Studiul elaborării de noi biocompozite, dopate cu alți aditivi;
- Studiul comportamentului biocompozitelor la alte solicitări simple și la solicitări compuse;
- Proiectarea de noi metode de testare adecvate materialelor și solicitărilor impuse;
- Studii privind optimizarea comportamentului biomaterialelor în aplicații medicale specifice;
- Studii privind comportamentul vâsco-elastic a compozitelor polimerice cu referire la compozitele polimerice hibride și la biocompozitele cu matrice din PLA armate cu diferite fibre, corelate cu cercetarea medicală.

BIBLIOGRAFIE SELECTIVĂ

- [Aga.15] Agarwal, B. D., Broutman, L. J., Chandrashekhara, K., Analysis and performance of fiber composites, Third edition, ISBN: 978-81-265-3636-8, ed. John Wiley & Sons, 2015.
- [Agr.14] Agrawal, M. C., Ong, L. J., Appleford, R. M., Mani, G., Introduction to biomaterials. Basic theory with engineering applications, ISBN 978-0-521-11690-9, ed. Cambridge University Press, New York, 2014.
- [Aka.15] Akay, M., An introduction to polymer matrix composites, 1st edition. ISBN: 978-87-403-0980-5, bookboon The eBook Company, 2015.
- [Ală.97] Alămoreanu, E., Chiriță, Bare și plăci din materiale compozite, Ed. Tehnică, București, 1997.
- [Ali.90] Ali, S.M., French, A.T., Hastings, W. G., Rae, T., Rushton, N., Ross, S. R. E., Wynn-Jones, H. C., Carbon fibre composite bone plates. Development, evaluation and early clinical experience. no. 72-B, pp. 586-591, 1990.
- [Amz.02] Amza, Gh., Rîndașu, O., Dumitru, M. G., Amza, Gh. C., Tratat de tehnologia materialelor. Ed. Academiei Române, București, 2002.
- [Ana.13] Anand, Y., Dutta, V., Testing of Composites: A Review. În: Advanced Materials Manufacturing & Characterization, vol 3, issue 1, pp. 363, 2013.
- [Auc.12] Aucher, J., Etude comparative du comportement composite à matrice thermoplastique ou thermodurcissable. Thèse, INSA de Rouen, 2009.
- [Bat.09] Baticz, Cr., Leamz, P., *Biopolymers*. În: Biomedical engineering and design handbook: fundamentals. Vol. 1, eds. M. Kutz, ISBN 0-07-149838-9, Eds, McGraw-Hill Companies, Inc. USA, 2009.
- [Bej.15] Bejinaru Mihoc, Al., Botez, M. A., Mitu, G. L., Regulations in the field of using medical devices. Overview. În: 6th International Conference, Computational Mechanics and Virtual Engineering', COMEC 2015, pp.457-462, Brașov, Romania, 2015.
- [Bej.17] Bejinaru Mihoc, Al., Mitu, G. L., Biocomposites: a review. În: 7th International Conference Computational Mechanics and Virtual Engineering", COMEC 2017, pp.140-143, Brașov, Romania, 2017.
- [Bej.20] Bejinaru Mihoc, Al., Mitu, G. L., Medical polymeric biocomposites. In: COMAT 2020 & eMECH 2020 Brasov, pp. 19-22, Romania, 29-31 October 2020
- [Ber.10] Berthelot, J.-M., Mécanique des matériaux et structures composites. ISMANS, Institut Supérieur des Matériaux, Le Mans, France, 2010.
- [Bla.92] Black, J., Biological Performance of Materials, 2nd edn. (Marcel Dekker, New York, 1992.
- [Cer.15] Cerbu, C., Modelarea, testarea și optimizarea structurilor din materiale composite ranforsate cu țesături și fibre naturale, Teză de abilitare, Universitatea Transilvania, Brașov, 2015.
- [Che.15] Chen, Q., Thouas, A. G., Metallic implant biomaterials. In: Materials science and engineering, R 87, pp. 1-57, 2015.
- [Chr.86] Christel P., Biomateriaux et chirurgie orthopédique. Médecines/Sciences, no.2. pp. 573-578, 1986.

- [Cic.01] Ciccone, J. W., Motz, C., Bentley, Ch., Tasto, P. J., Bioabsorbable implants in orthopaedics. New developments and clinical applications. În: Journal of the American Academy of Orthopaedic Surgeons, vol. 9, no 5, pp. 280-288, 2001.
- [Cut.09] Curtu, I., Motoc Luca, D., Micromecanica materialelor composite, Ed. Universitatea Transilvania din Brasov, 2009
- [Dan.06] Daniel, I. M., Ishai, O., Engineering mechanics of composite materials, 2nd ed. ISBN 978-0-19-515097-1, Oxford University Press, New York, Oxford, 2006.
- [Dor.11] Dorozhkin, V, S., Biocomposites and hybrid biomaterials based on calcium orthophosphates. În: Biomatter, 2011 vol.1, no. 1(1), pp. 3–56, 2011.
- [Dor.10] Dorozhkin, V, S., Calcium orthophosphates as bioceramics: State of the Art. Review. În: Journal of Functional Biomaterials, no. 1, pp. 22-107, 2010.
- [Fer.17] Ferri, JM., Jordá, J., Montanes, N., Fenollar, O., Balart, R., Manufacturing and characterization of poly(lactic acid) composites with hydroxyapatite. In: Journal of Thermoplastic Composite Materials, pp. 1–17, 2017.
- [Fer.19] Ferri, J.M.; Motoc, D.L.; Bou, S.F.; Balart, R. Thermal expansivity and degradation properties of PLA/HA and PLA/TCP in vitro conditioned composites. Journal of Thermal Analysis and Calorimetry, no. 138, pp. 2691–2702, 2019,
- [Gan.12] Gantois, R., Contribution à la modélisation de l'écoulement de résine dans les procédés de moulage des composites par voie liquide. Thèse, Université de Toulouse, 2012.
- [Gül.02] Gültekin, N., Preparation and characterization of hydroxyapatite and polymer composite biomaterials. Dissertation, İzmir Institute of Technology İzmir, Turkey, 2002.
- [Har.99.a] Harris, B., Composite materials. The Institute of Materials, London, 1999.
- [Kis.16] Kispotta, G. U., Synthesis and characterization of bio-composite material. Dissertation, National Institute of Technology, Rourkela, accessed: 2016.
- [Kis.14] Kistaiah, N., Kiran, C. U., Reddy, G. R., Rao, M. Sr., Mechanical characterization of hybrid composites: A review. In: Journal of Reinforced Plastics and Composites, vol. 33(14), pp. 1364–1372, 2014.
- [Lau.10] Lau, K. T., Hob, M-p., Au-Yeungb, Chi-t., Cheunga, H-y., Biocomposites: Their multifunctionality. În: International Journal of Smart and Nano Materials, vol.1, no. 1, pp. 13–27, 2010.
- [Mig.13] Migliaresi, Cl., Chapter I, Composites. În: Biomaterials science . An introduction to materials in medicine, 3rd Edition, eds. Ratner, B. D., Hoffman, Al. S., Schoen, Fr. J., Lemons, ISBN: 978-0-12-374626-9, pp. 223-241, Ed. Elsevier, Academic Press, The Boulevard, Langford Lane, Kidlington, Oxford, OX5 1GB, UK, 2013.
- [Mit.13] Mitu, G. L., Metode și mijloace de analiză a comportamentului materialelor din structura biosistemelor, Teză de doctorat, Universitatea Transilvania din Brașov, 2013.
- [Mot.15] Motoc Luca, D., Tailoring the effective properties of hybrid polymer based composite materials. Habilitation thesis, Universitatea *Transilvania* din Brașov, Brașov, 2015.
- [Ola.98] Olariu, V., Roșca, I., Radu, N. Gh., Baritz, M., Barbu, D., Biomecanica, vol.1, Bazele biomecanicii. ISBN 973-9372-01-5, Ed. Macarie, Colecția Universitaria, Târgoviște, 1998.
- [Ram.16] Ramakrishna, S., Huang, M-Z., Biocomposites. Elsevier Inc., 2016.

- [Ram.04] Ramakrishna, S., Huang, M-Z., Kumar, V. G., Batchelor, W. A., Mayer, J., An introduction to biocomposites. Series on Biomaterials and Bioengineering — vol. 1, ISBN: 978-1-86094-425-6, Ed. Imperial College Press, London, 2004.
- [Smi.21] Smith, N., Vacuum infusion Process. Gardner Business Media, Inc. 2021.
- [Tan.14] Tan, C. L., Azmi, A. I., Mohamad, N., Performance evaluations of carbon/glass hybrid polymer composites. In: Advanced Materials Research, vol. 980, pp. 8-12, 2014.
- [Tav.15] Tavares, R. P., Mechanics of hybrid polymer composites. Thesis, University of Porto, 2015.
- [Vas.09] Vasconcelos, P., Lino, F. J., Neto, R. J., Teixeira, A., Composites hybrides renforcés aux fibres de verre et de carbone pour moulage à l'époxy. In : Structure, no. 40, pp. 3-5, 2009.
- Wang, P., Molimard¹, J., Drapier, S., Vautrin, A., Henrat, P., Monitoring the Liquid Resin Infusion (LRI) manufacturing process under industrial environment using distributed.
- [Wu.18] Wu, W., Wang, Q., Amos Ichenihi, A., Shen, Y., Li, W., The Effects of Hybridization on the flexural performances of carbon/glass interlayer and intralayer composites. In: Polymers, no. 10, pp. 1-18, 2018.
- [*Are.14] * * *, ARES-G2 Rheometer, 2014, disponible à l'adresse : <http://www.tainstruments.com/wp-content/uploads/BROCH-ARESG2-2014-EN.pdf>
- [*Com.17] * * *, Composites testing solutions. MTS Systems Corporation, 14000 Technology Drive Eden Prairie, MN 55344-2290 USA, accessed. 2017.
- [*D638] * * *, ASTM D638-14. Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2014.
- [*D790] * * *, ASTM D790-17, Standard Test Methods for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2017
- [*D3039] * * *, ASTM D 3039/D 3039M-17. Standard test method for tensile properties of polymer matrix composite materials, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2017.
- [*D7264] * * *, ASTM D7264 / D7264M. Standard Test Method for Flexural Properties of Polymer Matrix Composite Materials, 2015.
- [*Vac.10] * * *, Vacuum Bagging Techniques. Gougeon Brothers Inc. , Bay City, MI USA, 2010.
- [*Vac.17] * * *, Vacuum Infusion - The equipment and process of resin infusion. http://www.composites.ugent.be/home_made_composites/documentation/FibreGlast_Vacuum_infusion_process.pdf, accessed: 2017.

REZUMAT

Teza de doctorat intitulată *Studii și cercetări privind metodele de testare a materialelor biocompozite* își propune analiza tehnicilor de analiză experimentală a materialelor biocompozite și aplicarea lor pe câteva grupe de materiale specifice aplicațiilor biomedicale.

Prima parte a studiului urmărește definirea sistemică a conceptului de material biocompozit utilizat în medicină și ingineria medicală în contextul a mării varietăți a materialelor compozite utilizate în diferite domenii sub conceptul de biocompozite. În continuare se urmărește elaborarea unei metode de analiză a biomaterialelor sintetice utilizate în realizarea biocompozitelor prin studiul sistematic privind: structura; utilizarea biopolimerilor, precum și stabilirea caracteristicilor mecanice și economice ale biomaterialelor sintetice. Lucrarea continuă cu analiza biocompozitelor polimerice în varianta constructivă hibridă și în varianta constructivă formată din PLA/HA prin identificarea teoretică a caracteristicilor funcționale și mecanice determinate de structura lor. Se prezintă alegerea metodelor specifice optime de testare a caracteristicilor mecanice și mecano-termice a biocompozitelor reprezentate de biocompozitele polimerice hibride *interply* și a compozitelor polimerice PLA/HA și rezultatele obținute, remarcabile pentru domeniul materialelor utilizabile în ingineria medicală.

Teza de doctorat îmbină cunoștințe din diverse domenii: biomateriale, materiale compozite, tehnologii, metode experimentale etc. Lucrarea de cercetare este de mare actualitate, cu ridicat potențial în domeniul biomaterialelor.

ABSTRACT

The doctoral thesis entitled *Studies and research on testing methods of biocomposite materials* aims to analyze the techniques of experimental analysis of biocomposite materials and their application on several groups of materials specific to biomedical applications.

The first part of the study aims at the systemic definition of the concept of biocomposite material used in medicine and medical engineering in the context of the wide variety of composite materials used in different fields under the concept of biocomposites. Next is aimed the elaboration of a method for the analysis of synthetic biomaterials used in the realization of biocomposites through the systematic study on: structure; the use of biopolymers, as well as the establishment of the mechanical and economic characteristics of synthetic biomaterials. The work continues with the analysis of polymeric biocomposites in the hybrid constructive variant and in the constructive variant formed by PLA / HA by theoretical identification of the functional and mechanical characteristics determined by their structure. The choice of the optimal specific methods for testing the mechanical and mechano-thermal characteristics of biocomposites represented by interply hybrid polymeric biocomposites and PLA / HA polymeric composites and the obtained results, remarkable for the field of materials usable in medical engineering, are presented.

The doctoral thesis combines knowledge from various fields: biomaterials, composite materials, technologies, experimental methods etc. The research work is very topical, with high potential in the field of biomaterials.