

Disminución de las propiedades mecánicas de compuestos de matriz termoplástica tras dilatada permanencia en agua oxigenada

J. Viña*, M.A. Castrillo*, A. Argüelles* e I. Viña*

Resumen Se ha analizado la evolución de las propiedades mecánicas, tanto estáticas como dinámicas, de dos composites de matriz termoplástica reforzados con tejido de fibra de vidrio y fibra de carbono, tras mantener inmersas probetas de ambos materiales en una solución de agua oxigenada, empleada en el método TCF, útil en la fabricación de papel. Se observa, desde el punto de vista de la resistencia a tracción, una pérdida de propiedades mucho mayor en el caso del compuesto con fibra de vidrio que en el de fibra de carbono. En cambio, en las curvas correspondientes a la variación de la resistencia a cortadura interlaminar, se aprecia una pérdida muy importante, pero superior para el compuesto de fibra de carbono. Por último, también se mostrará el comportamiento de ambos compuestos a fatiga tras permanencia en la solución de agua oxigenada. Los resultados obtenidos muestran una gran correlación con los generados a partir de los ensayos de tracción.

Palabras clave Composites. Resistencia a tracción. Resistencia a cortadura. Fatiga. Agua oxigenada.

Decrease of mechanical properties of thermoplastic matrix composites after immersion in a hydrogen peroxide solution

Abstract The evolution of the mechanical properties, static and dynamic, of two different composites with thermoplastic matrix and glass-fiber fabric or carbon-fiber fabric as reinforcement after immersing in a hydrogen peroxide solution have been analyzed. The tensile strength suffered a decrease after exposure of the materials in the solution. This decrease was more important in the case of the glass-fiber composite than in carbon-fiber composite. On the other hand, the interlaminar shear strength suffered also an important decrease, but in this case more substantial for the carbon-fiber composite. Finally, the fatigue behavior of the materials have been studied after exposure to the hydrogen peroxide solution. The results correlate with the tensile results.

Keywords Composites. Tensile strength. Shear strength. Fatigue. Hydrogen peroxide.

1. INTRODUCCIÓN

El empleo de materiales compuestos de matriz termoplástica se ha visto incrementado en los últimos años debido, en gran medida, a las mejoras que supone su uso en casos en los que los materiales tienen que trabajar en condiciones consideradas como adversas para los materiales tradicionales. Dentro de los distintos tipos de envejecimiento o exposición a ambientes adversos existentes, uno de los más habituales últimamente es lo que se podría denominar envejecimiento químico^[1-3], donde el

material se somete a contacto íntimo con un producto químico más o menos degradante y donde se pretende conocer la respuesta, sobre todo desde el punto de vista resistente del material en cuestión.

Un caso típico de esta situación y que se analiza en este trabajo corresponde al proceso TCF, empleado en la fabricación del papel, donde se utilizan elementos que se encuentran constantemente en contacto con soluciones de agua oxigenada diluida y con el añadido de la presencia de una importante temperatura.

(*) E.T.S. de Ingenieros Industriales de Gijón. Campus Universitario de Gijón. 33204 Gijón, Asturias (España).

2. MATERIALES Y MÉTODO EXPERIMENTAL

Los materiales compuestos empleados han sido suministrados por la empresa Ten Cate Advanced Composites. Uno de ellos emplea un refuerzo de fibra de vidrio en forma de tejido (8HSatin) con 300 gr/cm^2 y una fracción volumétrica de fibra del 30 %. En el segundo de los materiales el refuerzo es de fibra de carbono con el mismo tipo de tejido, un gramaje de 380 gr/cm^2 y una fracción volumétrica de fibra del 35 %. La matriz ha sido una resina termoplástica denominada polieterimida (PEI), cuya principal característica, desde el punto de vista químico, es la presencia en su estructura de una imida aromática que le proporciona una alta rigidez y elevada temperatura de transición vítrea y de un grupo éter que le confiere una alta flexibilidad a la cadena.

Se ha intentado comparar el efecto que, sobre las propiedades mecánicas de ambos composites, tiene la inmersión en una solución de alto poder degradante.

El envejecimiento químico consistió en la inmersión de probetas de ambos materiales en una solución de agua oxigenada con una concentración de 5.3 gr/l y una temperatura que se ha mantenido constante a $115 \text{ }^\circ\text{C}$. Estas condiciones, además de coincidir con las industriales, tienen un alto poder degradante sobre cualquier material, por conjugar tanto el ataque químico como el térmico.

Con objeto de evaluar las propiedades mecánicas estáticas de los materiales se seleccionaron dos tipos de ensayos. El primero de ellos fue el ensayo de tracción, que se llevó a cabo en una máquina INSTRON Mod. 5582 (100 kN), atendiendo a la norma ASTM D - 3039. Las dimensiones de las probetas empleadas han sido $160 \times 10 \text{ mm}$, con unos espesores nominales de $1,6 \text{ mm}$ para el composite con refuerzo de fibra de vidrio y 2 mm para el de carbono. El segundo ensayo, de cortadura interlaminar (ILSS), se emplea muy comúnmente en este tipo de materiales puesto que permite, a la vez, tener una idea de bondad, tanto de la unión interlaminar como de la adhesión en la intercara fibra-matriz. Ha sido realizado en la máquina anteriormente citada, de acuerdo con la norma ASTM D - 2344. Las dimensiones de las probetas empleadas han sido $21 \times 10 \text{ mm}$, con espesores nominales de $1,6 \text{ mm}$ para el compuesto de fibra de vidrio y 2 mm para el de fibra de carbono.

Las propiedades mecánicas dinámicas se analizaron mediante el ensayo de fatiga (ASTM D - 3479) realizado en una máquina servohidráulica

ca MTS Mod. 810 (100 kN). El ensayo, en el caso del compuesto de fibra de vidrio, se realizó para tres niveles de tensión, correspondientes al 40, 30 y 20 % de la tensión de rotura del material mientras que, para el compuesto de fibra de carbono se han seleccionado niveles del 80, 70 y 60 % de la tensión de rotura. En ambos casos, la elección de estos niveles de tensión ha venido motivada porque en ellos se consiguió observar un comportamiento, de cada uno de los compuestos, bastante homogéneo en lo que respecta a la duración de vida del material, permitiendo por lo tanto, comprobar la existencia de algún efecto derivado de la exposición al medio químico que ha sido descrito anteriormente. En todos los casos, la tensión mínima se determinó manteniendo un cociente de asimetría de 0,1. Para este tipo de sollicitación, las dimensiones de las probetas y su preparación han sido iguales que en el caso de tracción. Asimismo, durante toda la caracterización dinámica se ha mantenido una frecuencia de 3 Hz, dado que ha sido demostrado en repetidas ocasiones que, modificaciones no muy grandes de este parámetro pueden llegar a tener gran influencia sobre la vida final de la probeta.

3. RESULTADOS

En la figura 1 se presentan los valores de la resistencia a tracción frente al tiempo de inmersión en

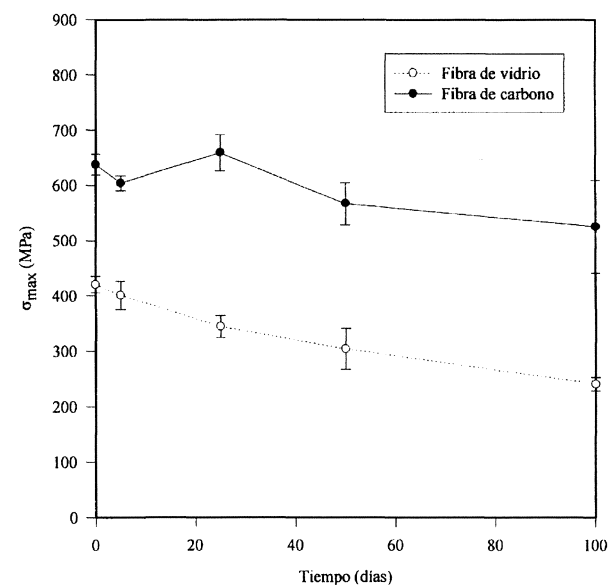


Figura 1. Variación de la resistencia a tracción con el tiempo de inmersión en solución de agua oxigenada a $115 \text{ }^\circ\text{C}$ para ambos tipos de materiales.

Figure 1. Variation of tensile strength with immersion time in hydrogen peroxide solution ($115 \text{ }^\circ\text{C}$) for both materials.

la solución de agua oxigenada a 115 °C. En todos los casos, se representan los valores máximos, mínimos y medios de los cinco ensayos realizados.

La figura permite apreciar que las pérdidas de resistencia al cabo de los 100 d de exposición al ambiente corrosivo son muy superiores, en el caso del compuesto reforzado con fibra de vidrio (40 %) que en el de fibra de carbono (15 %). Esto podría indicar que, en el caso del compuesto de vidrio, el daño provocado afecta incluso a la propia fibra, dado que sino resultaría difícil de justificar una pérdida tan importante, desde el punto de vista resistente. Por el contrario, en el de fibra de carbono no podría asegurarse que con una pérdida de ese nivel se haya producido un deterioro en las fibras.

La figura 2 muestra la evolución de la resistencia a cortadura interlaminar (ILSS), de ambos composites, con el tiempo de exposición. En este caso, las pérdidas de resistencia son sensiblemente superiores, en el caso del compuesto de fibra de carbono (58 %) que en el de fibra de vidrio (43 %). Además, se aprecia que las desviaciones estándar son muy elevadas en el primer material, el cual, a lo largo de todo el proceso, se muestra mucho menos regular en su comportamiento. Estos valores demuestran que la inmersión en este tipo de solución produce un daño interlaminar o, lo

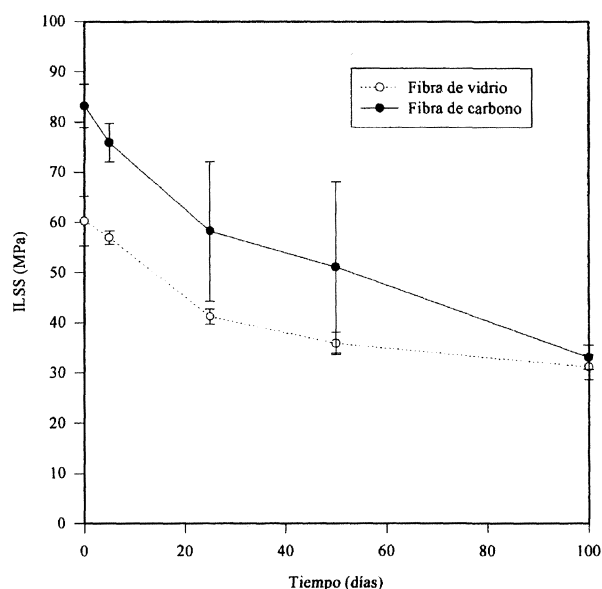


Figura 2. Variación de la resistencia a cortadura interlaminar (ILSS) con el tiempo de inmersión en solución de agua oxigenada a 115 °C para ambos tipos de materiales.

Figure 2. Variation of interlaminar shear strength with immersion time in hydrogen peroxide solution (115 °C) for both materials.

que es lo mismo, entre las distintas capas constitutivas del material, muy importante, encontrándose probablemente dañadas, también, tanto la matriz termoplástica como la intercara de separación entre la fibra y la matriz. Se han presentado siempre los valores máximo, medio y mínimo de los diez ensayos exigidos por la normativa.

Las figuras 3 y 4 presentan los resultados procedentes de los ensayos de fatiga que, como se mencionó anteriormente, se llevaron a cabo para tres niveles de tensión coincidentes con el 40, 30 y 20 % de la tensión de rotura del material, en el caso de la fibra de vidrio y el 80, 70 y 60 % para la fibra de carbono.

4. CONCLUSIONES

En primer lugar, a la vista de los resultados presentados, se puede asegurar que el tipo de refuerzo empleado influye mucho en la modificación de las propiedades del composite, tras ser expuesto durante largos períodos de tiempo a la presencia de agua oxigenada a 115 °C. De igual manera, el ataque produce una pérdida de resistencia a tracción superior en el caso de la fibra de vidrio, sin duda, porque esta se ha visto dañada por la inmersión en este medio químico, mientras que, en el caso de la resistencia a cortadura interlaminar, los mínimos

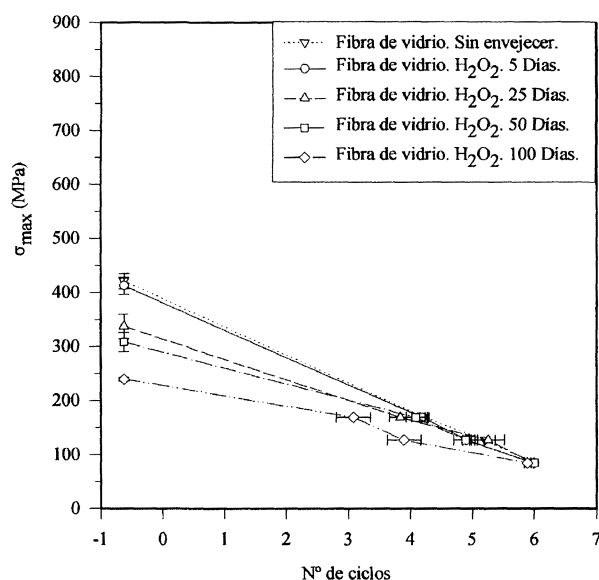


Figura 3. Variación del comportamiento a fatiga con el tiempo de inmersión en solución de agua oxigenada a 115 °C para compuesto reforzado con fibra de vidrio.

Figure 3. Variation of fatigue behaviour with immersion time in hydrogen peroxide solution (115 °C) for glass fiber reinforced PEI.

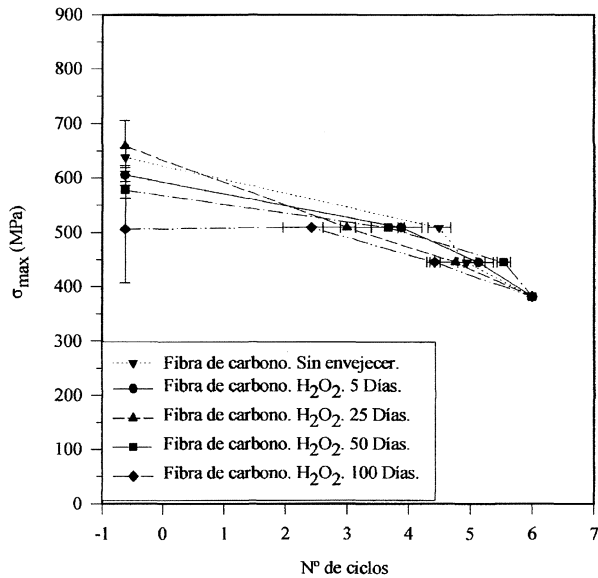


Figura 4. Variación del comportamiento a fatiga con el tiempo de inmersión en solución de agua oxigenada a 115 °C para compuesto reforzado con fibra de carbono.

Figure 4. Variation of fatigue behaviour with immersion time in hydrogen peroxide solution (115 °C) for carbon fiber reinforced PEI.

coinciden, prácticamente, para ambos materiales (carbono y vidrio), por lo que se puede hablar de una frontera o límite inferior conjunta.

La dispersión, en el caso del carbono, es considerablemente superior, lo que indica que se ha producido un mayor daño, tanto en las intercaras fibra-matriz como entre las distintas capas constitutivas del composite, dándose valores prácticamente extremos (“afectado” o “no afectado”) pero no intermedios, mientras que en el vidrio la dispersión es mucho menor.

Puede resultar interesante constatar que, en anteriores trabajos realizados^[4,5], con otros tipos de envejecimientos, tanto químicos como higrotérmicos, no se obtenían los mismos resultados, puesto que dependiendo del medio empleado las pérdidas de ambos materiales varían cualitativa y cuantitativamente.

Los ensayos de fatiga, tal como se podría prever merced a la experiencia de trabajos anteriores^[6], no hacen sino confirmar la veracidad de los resultados obtenidos en tracción, lo cual es correcto porque, en ambos casos, el trabajo al que se encuentra sometido el material es muy similar.

Agradecimientos

Se agradece a D. Roberto García y a D. Juan Rojo su colaboración en la preparación y realización de los ensayos.

REFERENCIAS

- [1] Q. QIU y M. KUMOSA, *Composites Sci. Technol.* 57 (1997) 497-507.
- [2] S. SONAWALA y R.J. SPONTAK, *J. Mater. Sci.* 31 (1996) 4745-4756.
- [3] Y. FUJII, Z. MAEKAWA, H. HAMADA, T. KUBOTA, A. MURAKAMI y T. YOSHIKI, *Proc. ICCM/9*, Madrid, 1993, pp. 562-568.
- [4] J. VIÑA, A. ARGÜELLES, M.A. GARCÍA, M.A. CASTRILLO e I. VIÑA, *Cerámica y Vidrio* (pendiente de publicación).
- [5] J. VIÑA, E.A. GARCÍA, A. ARGÜELLES e I. VIÑA, *J. Mater. Sci. Letters* 19 (2000) 579-581.
- [6] J. VIÑA, M.A. CASTRILLO, A. ARGÜELLES e I. VIÑA, *J. Mater. Sci. Letters* 17 (1998) 1711-1713.